

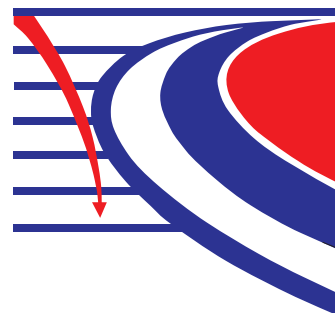


**Уральский  
федеральный  
университет**

имени первого Президента  
России Б.Н.Ельцина

**Институт новых материалов  
и технологий**

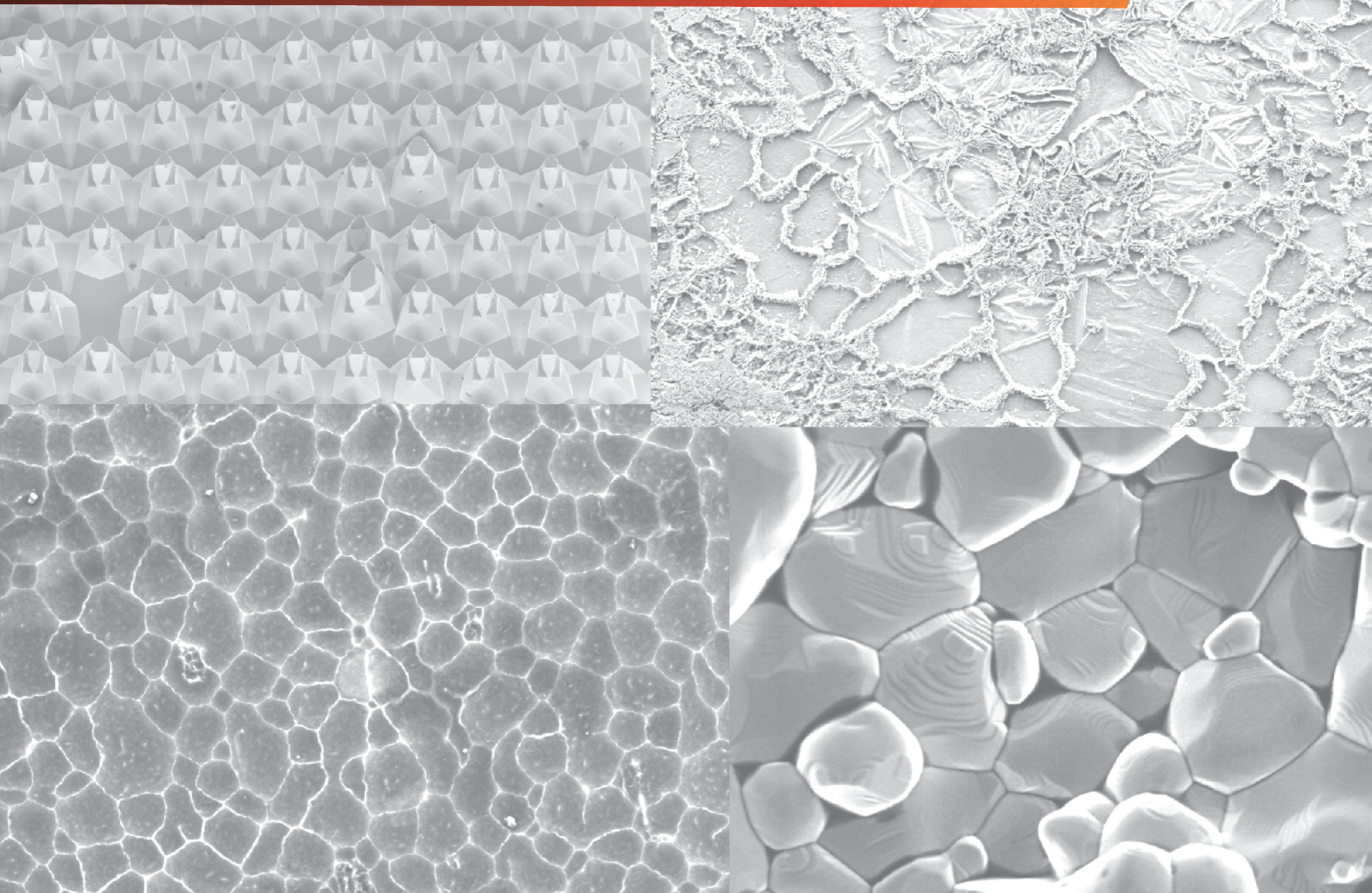
**КАФЕДРА  
ТЕРМООБРАБОТКИ  
И ФИЗИКИ МЕТАЛЛОВ**



# УРАЛЬСКАЯ ШКОЛА МОЛОДЫХ МЕТАЛЛОВЕДОВ

Материалы XVIII Международной  
научно-технической Уральской школы-семинара  
металловедов — молодых ученых

Екатеринбург  
21–23 ноября 2017 г.







<p>Министерство образования и науки Российской Федерации</p> <p>Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина</p> <p>Ключевой Центр превосходства «Материаловедение перспективных металлосодержащих материалов и технологий их обработки»</p> <p><b>УРАЛЬСКАЯ ШКОЛА МОЛОДЫХ МЕТАЛЛОВЕДОВ</b></p> <p>Материалы XVIII Международной научно-технической Уральской школы-семинара металловедов – молодых ученых</p> <p>(Екатеринбург, 21–23 ноября 2017 г.)</p> <p>Екатеринбург УрФУ 2017</p>	<p>УДК 669.017(06) ББК 34.2я431 У68</p> <p>Рецензенты: кафедра «Технологии металлов», Уральский государственный лесотехнический университет (завкафедрой – доц., канд. техн. наук <i>В. В. Ильюшин</i>); проф., д-р физ.-мат. наук <i>В. Г. Пушин</i>, заведующий лабораторией металловедения цветных металлов (Институт физики металлов УрО РАН)</p> <p>Редакционная коллегия: проф., д-р техн. наук <i>А. А. Попов</i> (ответственный редактор); академик РАН <i>В. М. Счастливцев</i> (зам. ответственного редактора); проф., д-р техн. наук <i>М. Л. Лобанов</i>; проф., канд. техн. наук <i>С. Л. Демаков</i>; доц., канд. хим. наук <i>Н. Г. Россина</i>; доц., канд. техн. наук <i>А. Г. Илларионов</i>; доц., канд. техн. наук <i>С. В. Беликов</i>; доц., канд. техн. наук <i>О. Ю. Корниенко</i>; доц., канд. техн. наук <i>М. С. Карабаналов</i>; доц., канд. техн. наук <i>С. В. Гриб</i>; доц., канд. техн. наук <i>А. С. Юровских</i>; доц., канд. техн. наук <i>Ф. В. Водолазский</i>; доц., канд. техн. наук <i>С. И. Степанов</i>; доц., канд. техн. наук <i>Д. В. Гадеев</i>; доц., канд. техн. наук <i>М. А. Попова</i>; доц., канд. техн. наук <i>Н. А. Попов</i>; канд. техн. наук <i>А. Ю. Жиликов</i>; канд. техн. наук <i>М. А. Зорина</i>; аспирант <i>К. И. Петрова</i>; аспирант <i>С. В. Данилов</i> (отв. за выпуск)</p> <p><b>Уральская школа молодых металлосведов :</b> У68 материалы XVIII Международной научно- технической Уральской школы-семинара металловедов – молодых ученых (Екатеринбург, 21–23 ноября 2017 г.). – Екатеринбург : УрФУ, 2017. – 728 с.</p> <p>ISBN 978-5-321-02539-0</p> <p>Сборник содержит доклады о достижениях молодых ученых, аспирантов и студентов в области материаловедения и освещает актуальные проблемы развития, обработки, создания и исследования новых металлических и композиционных материалов и покрытий. Сборник предназначен для научных работников в сфере материаловедения, аспирантов и студентов, интересующихся данной тематикой.</p> <p>УДК 669.017(06) ББК 34.2я431</p>
---	---

Ответственность за содержание и оформление материалов несут авторы статей.  
Все права на размножение и распространение материалов в любой форме остаются  
за разработчиками.

*Научное электронное издание*

Материалы публикуются в авторской версии. Оформление текста *В. А. Климовой*.  
Корректоры *А. А. Трофимова, И. Ю. Плотникова*.

Одобрено к публикации 15.12.2017. Гарнитура Times New Roman. Уч.-изд. л. 45,5.  
РИО ИПЦ УрФУ, 620049, Екатеринбург, ул. С. Ковалевской, 5  
Тел. 8 (343) 375-48-25, 375-46-85, 374-19-41; e-mail: rio@urfu.ru

ISBN 978-5-321-02539-0

© Уральский федеральный университет, 2017

# **СЕКЦИЯ 1. ПОВЕРХНОСТЬ МАТЕРИАЛОВ: СВОЙСТВА И СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ ОБРАБОТКИ**

УДК 621.78.01

***Е. А. Левин\*, Н. В. Юршева***

Оренбургский государственный университет, г. Оренбург

\* *zheneklevin@mail.ru*

Научный руководитель – заведующий кафедрой МТМ ОГУ,  
доц., канд. техн. наук *В. И. Юршев*

## **ВЛИЯНИЕ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ НИЗКОУГЛЕРОДИСТЫХ И ЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЕЙ ПЕРЕД ЦЕМЕНТАЦИЕЙ**

В современном машиностроении существует ряд различных технологических процессов. Одним из таких процессов является предварительная термообработка сталей. Предварительная термообработка необходима для того, чтобы снять внутренние напряжения, измельчить зерно структуры и устранить прочие дефекты в низкоуглеродистых и легированных сталях. Это необходимо для того, чтобы в дальнейшей обработке стали (цементация, закалка, отпуск и механическая обработка) получались детали с заданными параметрами (износостойкость, твердость, прочность и т. д.).

*Ключевые слова:* термообработка, низкоуглеродистые стали, легированные стали, цементация, отжиг, нормализация.

***E. A. Levin, N. V. Yursheva***

## **INFLUENCE OF PRELIMINARY THERMAL PROCESSING ON THE STRUCTURE OF LOW-CARBON AND LEGATED STEELS BEFORE CEMENT**

In modern engineering there are a number of different technological processes. One such process is preliminary heat treatment of steels. Preliminary heat treatment is necessary in order to remove internal stresses, reduce grain and eliminate other defects in low-carbon and alloyed steels. This is necessary in order to obtain parts with specified parameters (wear resistance, hardness, strength, etc.) in further processing of steel (carburizing, quenching, tempering and machining).

*Keywords:* heat treatment, low-carbon steel, alloyed steel, cementation, annealing, normalization.



Перед процессом цементации как и перед любым технологическим процессом важную и основную роль играет предварительная и правильная подготовка. Такой подготовкой является предварительная термическая обработка сталей. Дело в том, что сталь, поступающая на производство в состоянии поставки, не всегда отвечает всем необходимым требованиям, поэтому стали подвергают отжигу.

Предварительную термическую обработку проводят для исправления дефектов структуры (крупное зерно, цементитная сетка, пластинчатый перлит), снижения твердости (послековки, штамповки, накатки резьбы и др.) и подготовки к окончательной обработки для повышения износостойкости.

Режимы предварительной термообработки зависят от марки стали, содержания углерода и наличия или отсутствия легирующих элементов.

Как правило для цементации применяют низкоуглеродистые (0,1–0,25 % С) и низколегированные стали. Содержание легирующих элементов в сталях, предназначенных для изготовления деталей, упрочняемых цементацией, не должно быть слишком высоким, но должно обеспечивать требуемую прокаливаемость поверхностного слоя и сердцевины и тормозить рост зерна аустенита при нагреве [1]. Исходя из вышесказанного было принято решение проводить исследования на примере трех сталей: сталь 20, 20Х и 20Х13. Микроструктура данных сталей приведена на рис. 1.

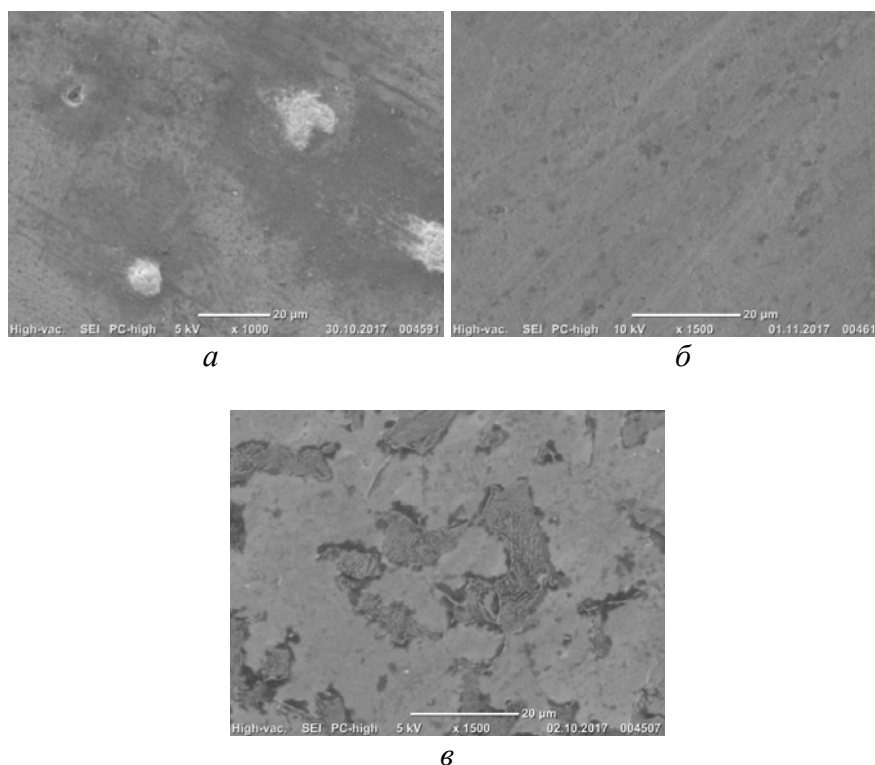


Рис. 1. Микроструктура сталей в исходном состоянии: а – сталь 20 (увеличение x1000), б – 20Х (увеличение x1500), в – 20Х13 (увеличение x1500)

Отжиг – фазовая перекристаллизация, заключающаяся в нагреве выше  $A_{c3}$  с последующим медленным охлаждением. При нагреве выше  $A_{c1}$ , но ниже  $A_{c3}$ , полная перекристаллизация не произойдет; такая термическая обработка называется неполным отжигом. При отжиге состояние стали приближается к структурно равновесному; структура стали после отжига: перлит + феррит, перлит или перлит + цементит.

Если после нагрева выше  $A_{c3}$  провести охлаждение на воздухе, то это будет первым шагом к отклонению от практически равновесного структурного состояния. Такая термическая операция называется нормализацией [2].

Температуру нагрева для деталей, изготовленных из углеродистых сталей, определяют по диаграмме состояния, а для легированных сталей – по положению их критической точки  $A_{c3}$ , имеющейся в справочных таблицах. Время выдержки при температуре отжига обычно складывается из времени, необходимого для полного прогрева всей массы деталей, и времени, нужного для окончания структурных превращений. После отжига сталь медленно охлаждают вместе с печью. Детали, изготовленные из углеродистой стали, охлаждают со скоростью 180–200 °С в час, из низколегированных сталей – со скоростью 90–100 °С в час, из высоколегированных – со скоростью примерно 50 °С в час. В результате отжига деталей, изготовленных из доэвтектоидной углеродистой стали, получается пластинчатый перлит, а зерна феррита располагаются в виде разорванной сетки.

Структура фасонных литых деталей, изготовленных из стали с содержанием углерода от 0,15 до 0,45 %, обычно неоднородна, т. е. состоит из очень крупных и мелких зерен, механические свойства такой стали неудовлетворительны, а дальнейшая химическая и термическая обработка может привести к еще большему росту зерна и неизменным превращениям в структуре. Поэтому для повышения механических свойств, измельчения зерна и снятия внутренних напряжений литые детали нужно обязательно подвергать отжигу.

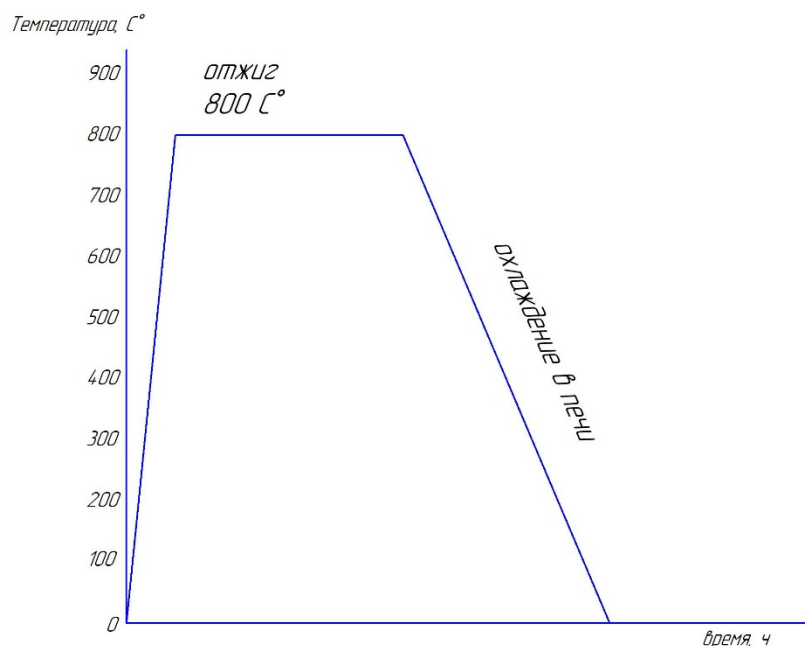
Для выбранных сталей были подобраны режимы первичной термообработки и приведены в таблице, а также были разработаны тех. карты – рис. 2.

Таблица

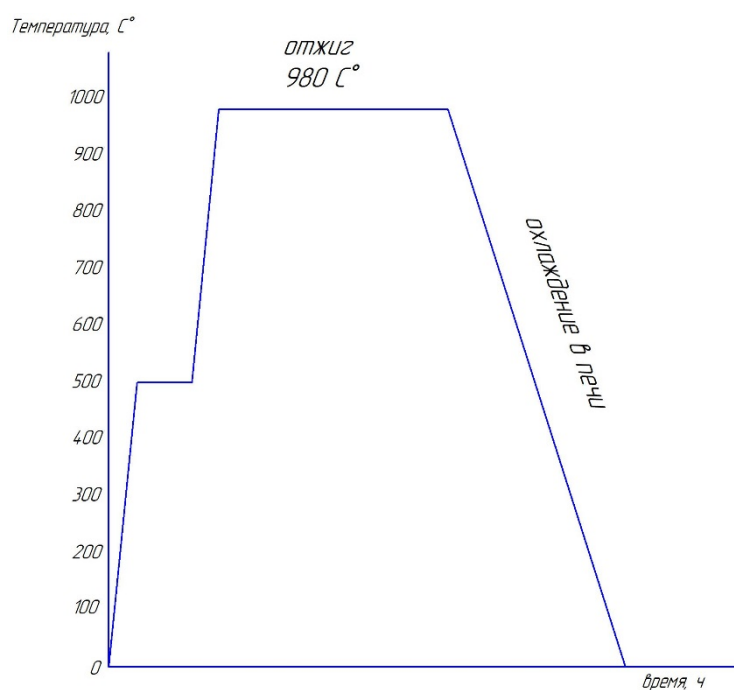
Режимы предварительной термической обработки сталей

Марка стали	Отжиг, °С	Охлаждение	Скорость охлаждения, °С / ч
20	800	В печи	200
20Х	800		100
20Х13	980		50





*а*



*б*

Рис. 2. Тех. карта первичной термообработки сталей: *а* – 20 и 20Х, *б* – 20Х13

После проведения первичной термообработки посредством отжига с соблюдением необходимых условий, металл необходимо подготовить для дальнейших исследований. Для просмотра микроструктуры исследуемую поверхность шлифуют, полируют и травят. Все вышеперечисленные операции проводят вручную с особой тщательностью и аккуратностью. Микроструктуры сталей после отжига приведены на рис. 3.

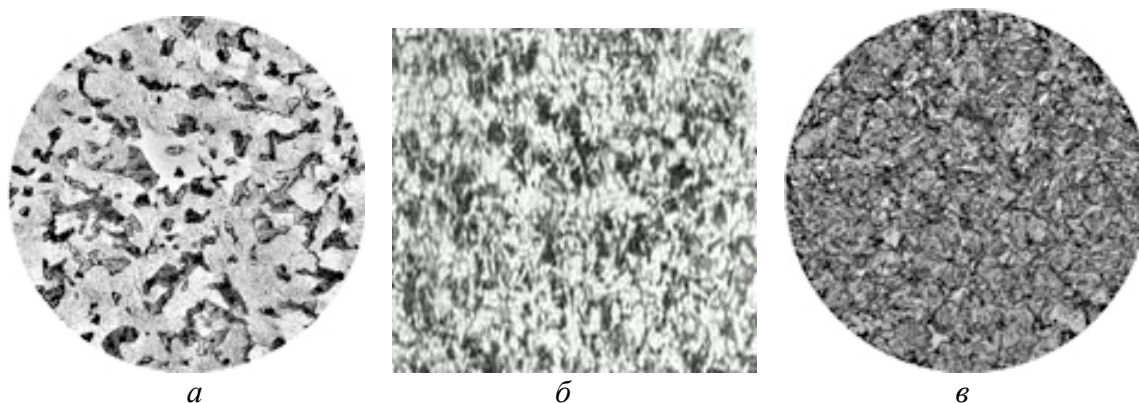


Рис. 3. Микроструктура сталей после термообработки: *а* – сталь 20, *б* – 20Х, *в* – 20Х13

Данные стали подверглись предварительной обработке в виде отжига с соблюдением температурного и временного режимов. По микроструктуре видно, что было получено измельчение зерна по сравнению с исходным состоянием. Улучшилась однородность металла и как следствие, это оказывает более благоприятные последствия для дальнейшего упрочнения методом цементации, последующей термической и механической обработки, получая деталь, обладающую набором соответствующих физико-механических свойств. Таким образом мы получили хорошую основу для получения качественного продукта, что подтверждает необходимость и правильность использования предварительной термической обработки.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Лахтин Ю. М. Химико-термическая обработка металлов / Ю. М. Лахтин, Б. Н. Арзамасов. Москва : Металлургия, 1985. 256 с.
2. Гуляев А. П. Металловедение / А. П. Гуляев. Москва : Металлургия, 1986. 544 с.
3. Лахтин Ю. М. Материаловедение: учебник / Ю. М. Лахтин, В. П. Леонтьева. Москва : Машиностроение, 1990. 528 с.
4. Филинов С. А. Справочник термиста / С. А. Филинов, И. В. Фиргер. Ленинград : Машиностроение, 1975. 352 с



***И. Б. Исламов\*, И. С. Опарин***

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

\* *ilshat.islamov.1994@mail.ru*

Научные руководители – проф., д-р техн. наук *В. Р. Бараз*  
зав. лабораторией *С. С. Герасимов*

## О НИТРИДНОМ ПОКРЫТИИ ХУДОЖЕСТВЕННЫХ ИЗДЕЛИЙ ИЗ МЕДНО-НИКЕЛЕВОГО СПЛАВА

Изучено ионно-плазменное напыление промышленного сплава Cu–Ni–Zn композиции (типа МНЦ15-20) комбинированной обработкой нитридами титана и циркония. Для оценки микротвердости покрытия использовалась методика, предусматривающая обязательное проникновение алмазного индентора сквозь нитридный слой. Показано, что микротвердость покрытия более чем в 6 раз превышает эти показатели для материала основы. Рассмотренные режимы напыления обеспечивают формирование нитридных слоев, полностью имитирующих эффект золочения.

*Ключевые слова:* ионно-плазменное напыление, нитриды, микротвердость, защитно-декоративное покрытие, нейзильбер, эффект золочения.

***I. B. Islamov, I. S. Oparin***

## ABOUT NITRIDE COATING OF ARTIFICIAL ARTICLES FROM COPPER–NICKEL ALLOY

Ion-plasma spraying that was made by titanium and zirconium nitrides complex treatment of an industrial alloy of a Cu-Ni-Zn alloy was studied. To evaluate the microhardness of the coating we used a technique that required the compulsory penetration of the diamond indenter through the nitride layer. It is shown the microhardness of the coating is six times higher than these values for the base material. The reviewed modes of spraying provide the nitride layers formation that imitates completely the gold plating.

*Keywords:* ion-plasma spraying, nitrides, micro hardness, protective and decorative coating, nickel silver, gilding effect.

Промышленные сплавы на медной основе находят широкое применение в электротехнике, для получения деталей точных приборов, медицинских инструментов, паровой и водяной арматуры. Вместе с тем они являются превосходным материалом для изготовления художественных и ювелирных изделий. Например, сплавы МН19

(мельхиор), МНЦ15-20 (нейзильбер) оказываются весьма пригодными для создания высокохудожественных изделий и драгоценных украшений. Эти сплавы используются в таком качестве благодаря своим свойствам: коррозионной устойчивости и достаточными прочностью и пластичностью в горячем и холодном состояниях [1–3].

Для повышения эстетических свойств ювелирно-художественных изделий из данных сплавов их принято покрывать защитно-декоративным материалом путем нанесения тонкого поверхностного слоя из благородных металлов (золочение, серебрение). С одной стороны, использование таких декоративных покрытий позволяет придать изделию приятный потребительский цвет, а, с другой, обеспечить повышенную стойкость от коррозионного воздействия внешней среды и особенно – высокую износостойкость благодаря повышенной твердости.

Применение благородных металлов для указанных целей имеет очевидное ограничение (дефицит этих материалов, их высокая стоимость), поэтому вполне актуальной представляется проблема, связанная с заменой драгоценных металлов на покрытия из менее дорогих материалов, позволяющие, однако, сохранить необходимые эстетические и потребительские свойства изделия.

Настоящая работа направлена на изучение возможностей получения на медно-никелевом сплаве покрытий, имеющих цветовую гамму в виде имитации под золото и отличающихся повышенной стойкостью по отношению к механическому воздействию (износостойкостью).

Исследуемым материалом служил промышленный сплав на медной основе типа МНЦ15-20 (нейзильбер), содержащий в качестве основных легирующих элементов никель и цинк в количестве соответственно 15,4 и 19,7 масс. %.

Среди известных технологических способов получения декоративных покрытий (гальванический метод, метод оксидирования) наибольший интерес представляет метод ионно-плазменного напыления с получением нитридных соединений на основе титана и циркония. В этом случае получается тонкий высокотвердый защитный слой, по цвету имитирующий эффект золочения. Поэтому в работе использовался указанный метод, который был осуществлен на установке «Булат» [4].

Схема установки с указанием всех необходимых конструктивных элементов и периферийного оборудования представлена на рис.1.

Защитное покрытие осуществлялось путем комплексного нанесения соединений нитридов титана (TiN) и циркония (ZrN). Ионно-плазменное напыление заключалась в распылении титанового и циркониевого образцов-испарителей (в форме усеченного конуса) за счет бомбардировки их поверхностей ионами рабочего газа (азота), образующихся в плазме тлеющего разряда. Обработка проводилась при 500 °С в течение 70 мин. В качестве материала распылителя использовались промышленно чистые Ti



и Zr. При указанном режиме распыления атомы титано-циркониевого испарителя, встречаясь с ионами азота, формировали соответствующие нитриды, которые и осаждались попеременно на материале основы (мишени), образуя чередующиеся слои (своеобразный сэндвич). Непосредственным объектом напыления являлись заготовки исследуемого сплава в виде прямоугольных образцов ( $15 \times 50$ ), вырезанных из прокатанных листов толщиной 1 мм. Предварительно заготовки отжигались при  $650\text{ }^{\circ}\text{C}$  в течение 30 мин.

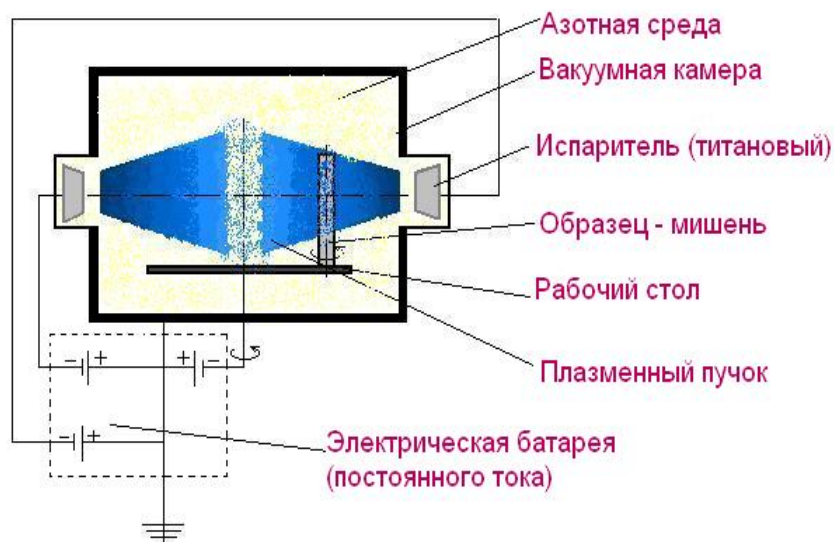


Рис. 1. Схема установки для ионно-плазменного напыления

Для оценки микротвердости тонких покрытий был использован метод, предложенный в работе [5]. Его суть состоит в следующем. Предварительно определяется толщина самого покрытия (пленки) любым из известных методов. Затем измеряется твердость материала-основы (т. е. без покрытия)  $HV_{\text{осн}}$ . Далее определяется микротвердость самого образца с покрытием, причем таким образом, чтобы под действием приложенной нагрузки алмазный индентор обеспечил продавливание покрытия. Это позволяет оценить твердость композиции «покрытие-металлическая основа»  $HV_{\text{комп}}$ . И далее расчетным способом определяется микротвердость самого покрытия  $HV_{\text{покр}}$ . Тем самым на основании прямых измерений микротвердости основного материала и его комбинации с покрытием уже опосредовано удастся судить о микротвердости самого покрытия.

Определение микротвердости проводилось стандартным методом на приборе ПМТ-3 при нагрузке 100 г (которая гарантированно обеспечивала продавливание покрытия насквозь).

Микроструктурный анализ нанесенного покрытия осуществлялся с использованием металлографического комплекса «Olympus PME-3» с программным анализом изображения IA-32. В качестве травителя

использовался реактив, состоящий из водного раствора хлорного железа с соляной кислотой (10 г  $\text{FeCl}_3$ , 25 мл  $\text{HCl}$ , 100 мл  $\text{H}_2\text{O}$ ) [2].

Установлено, что микротвердость сплава МНЦ15-20 в исходном состоянии, т. е. после отжига, составляла 100  $HV$ .

Микроструктурная картина полученного покрытия показана на рис. 2. Толщина нитридного слоя равнялась 4,1 мкм.

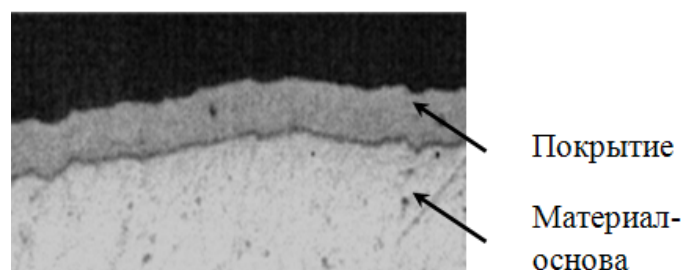


Рис. 2. Покрытие сплава МНЦ15-20 нитридными соединениями при ионно-плазменном напылении (500 °С, 70 мин),  $\times 450$

Полученные данные приведены в табличной форме, в которой указаны результаты измерения микротвердости сплава МНЦ15-20 до и после нанесения покрытия. Видно, что микротвердость покрытия более чем 6 раз превышает микротвердость материала-основы и в 3 раза твердость композиции (покрытие + основа).

#### Оценка микротвердости нитридных покрытий

Сплав	Толщина слоя, мкм	$HV_{\text{осн}}$	$HV_{\text{комп}}$	$HV_{\text{покр}}$
МНЦ15-20	4,1	100	205	640

При оценке полученных абсолютных значений микротвердости следует учитывать, что индентор (алмазная пирамидка) при нагружении пробивает нитридный слой, проникая в материал-основу. Поэтому значение твердости композиции превосходит твердость матрицы фактически более чем вдвое, в то время как твердость самого покрытия (по результатам расчета) превышает твердость матрицы в шесть с лишним раз.

Эти данные позволяют говорить о том, что покрытие из нитридных соединений не только дает возможность получить приятный декоративный цвет (эффект золочения), но и обеспечивает его механическую сохранность (износостойкость) благодаря высокой твердости.

#### ЛИТЕРАТУРА

- Осинцев О. Е. Медь и медные сплавы. Отечественные и зарубежные марки: справочник / О. Е. Осинцев, В. Н. Федоров. Москва : Машиностроение, 2004. 336 с.

2. Николаев А. К. Медь и жаропрочные сплавы: фундаментальный справочник / А. К. Николаев, С. А. Костин. Москва : Изд-во ДПК Пресс, 2012. 720 с.
3. Куманин В. И. Материалы для ювелирных изделий / В. И. Куманин, В. Б. Лившиц. Москва : Кладезь, 2012. 244 с.
4. Пранявичюс Л. Защитные покрытия и технология их получения физическими методами / Л. Пранявичюс, Р. Валатка, Л. Анцявичене. Каунасский политехнический институт, 1990. 384 с.
5. Измерение твердости тонких пленок / Ю. А. Быков [и др.] // МиТОМ. 2003. № 10. С. 32–35.

**Т. В. Солодова\***

Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет),  
г. Москва

\* *tanja\_solodova@mail.ru*

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук *Б. Л. Крит*

## ВЛИЯНИЕ МИКРОДУГОВОГО ОКСИДИРОВАНИЯ НА КОРРОЗИОННУЮ СТОЙКОСТЬ ТИТАНА И СПЛАВОВ НА ЕГО ОСНОВЕ, ПРИМЕНЯЕМЫХ В МЕДИЦИНЕ

Формирование многофункциональных покрытий на поверхности конструкционных материалов, в том числе и композиционных, – один из самых выгодных способов повышения технико-экономических характеристик изделий.

Производство таких покрытий должно быть экологически безопасным и высокотехнологичным. Микродуговое оксидирование (МДО) – относительно новый метод формирования многофункциональных защитных покрытий, основанный на использовании энергии поверхностных электрических разрядов в электролите.

В данной работе было проведено изучение влияния микродугового оксидирования на коррозионную стойкость титана и сплавов на его основе, применяемых в медицине.

*Ключевые слова:* микродуговое оксидирование (МДО), титановый сплав, коррозионная стойкость, биосовместимость, электролит, медицина, материаловедение.

***T. V. Solodova***

## THE EFFECT OF MICROARC OXIDATION ON THE CORROSION RESISTANCE OF TITANIUM AND ITS ALLOYS USED IN THE MEDICINE

Forming of multipurpose coverings on the surface of constructional materials, including composite – one of the most profitable methods of increase in technical and economic product characteristics.

Production of such coverings shall be ecologically safe and high-technology. Microarc oxydation (MAO) – rather new method of formation multi-functions of the sheetings based on use of energy of superficial electric discharges in electrolyte.

In this work pilot study has been of the effect of microarc oxidation on corrosion resistance and of alloys based on it used in medicine.

*Keywords:* microarc oxidation (MAO), titanium alloy, corrosion resistance, biocompatibility, electrolyte, medicine, material science.

Актуальной задачей современного материаловедения в области медицины является решение проблемы восстановления дефектов костной ткани для обеспечения возможности нормального функционирования поврежденного органа. Из всего многообразия металлов и сплавов в медицине для имплантации в живой организм используется очень ограниченный круг сплавов.

Способность титана и сплавов на его основе к самопассивации в биологических средах делает их высоко-перспективными в качестве имплантов. За счет образования на поверхности материала пленки из оксида титана  $Ti_2O_3$ , она способна обеспечить защиту во многих средах не только от общей коррозии, но и от питтинговой коррозии [1].

Не всегда свойства готовых сплавов удовлетворяют потребностям производства. В связи с этим совершенствуются способы их улучшения. Одним из эффективных способов повышения коррозионно- и износостойкости является применение микродугового оксидирования (МДО) поверхности.

Сущность МДО заключается в том, что под действием высокого напряжения, прикладываемого между находящейся в электролите деталью и электродом, на поверхности детали возникают мигрирующие точечные микродуговые разряды, под термическим, плазмохимическим и гидродинамическим воздействием которых поверхностный слой детали перерабатывается в керамическое покрытие, прочно сцепленное с основой [2].

Сплавы на основе титана являются наиболее перспективными материалами для изготовления имплантатов, т. к. обладают хорошей биосовместимостью, одним из показателей которой является высокая коррозионная стойкость. Применение титановых сплавов особенно актуально при изготовлении эндопротезов крупных суставов человека, например эндопротезов тазобедренного сустава (ЭТБС) [3].

В работе исследовалось влияние микродугового оксидирования на коррозионную стойкость титана и сплавов на его основе, применяемых в медицине.

Для исследований были выбраны образцы, вырезанные из листового полуфабриката титановых сплавов ВТ6, ВТ1-0, ВТ20.

Для всех образцов перед нанесением МДО-покрытия проводили подготовительную механическую обработку (шлифование) до допустимых значений шероховатости, а также очистку от загрязнений поверхности с последующей промывкой в теплой воде с мыльным раствором (40 г/л  $Na_3PO_4$  + 40 г/л  $Na_2CO_3$  в воде).

Перед нанесением МДО-покрытия для каждого из образцов материалов были индивидуально подобраны составы электролитов:

- ВТ1-0: 1)  $C_{\text{KOH}} = 2 \text{ г/л}$ ;  $\text{Na}_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O} = 4 \text{ г/л}$ ;  
2)  $C_{\text{KOH}} = 2 \text{ г/л}$ ;  $C_{\text{НРК}} = 10 \text{ г/л}$ ;
- ВТ6:  $C_{\text{KOH}} = 2 \text{ г/л}$ ;  $\text{NaNH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} = 4 \text{ г/л}$ ;
- ВТ20:  $C_{\text{KOH}} = 2 \text{ г/л}$ ;  $C_{\text{ЖС}} = 9 \text{ г/л}$ ;  $\text{NaNH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O} = 4 \text{ г/л}$ .

Основными контролируемыми параметрами, определяющими процесс формирования покрытия, являлись длительность анодного и катодного импульсов, их амплитуда, частота следования импульсов, длительность процесса нанесения.

Анализ результатов исследований поверхности образцов с помощью оптического микроскопа показал, что полученные покрытия образцов сплавов ВТ6 и ВТ20 имеют отличную в зависимости от вида сплава, сквозную пористость округлой формы, что говорит о хорошей остеоинтеграции. Средний размер пор исходного МДО-покрытия образцов титановых сплавов ВТ6 и ВТ20 соответственно равны 36,1 мкм и 41,2 мкм, а толщина МДО-покрытия составляет 64 мкм и 43,8 мкм соответственно.

По результатам рентгеноструктурного анализа с помощью методик, описанных во второй главе, было выявлено, что основным компонентом, входящим в состав МДО-покрытия образцов титановых сплавов является диоксид титана  $\text{TiO}_2$  (рутил, брукит). Полученное межплоскостное расстояние  $d/n = 2,18$  и угол пика (101)  $2\theta = 20^\circ 40'$  соответствуют модификации  $\text{TiO}_2$  рутил. А брукиту соответствует  $d/n = 3,51$  и угол пика (100)  $2\theta = 20^\circ 40'$ .

Результаты проведенных исследований показали, что для образцов из чистого титана ВТ1-0 и сплава ВТ6 с МДО-покрытиями поляризационные кривые характеризуются протяженной областью пассивного состояния, что свидетельствует о высокой коррозионной стойкости.

Аналогичные результаты получены на образцах в электролитах с добавлением НРК.

Установлено что для образцов из чистого титана ВТ1-0 после нанесения МДО-покрытий плотность тока в пассивной области снижается примерно в 8 раз (рис. 1).

Аналогичная закономерность в изменении плотности тока наблюдается для сплава ВТ6 (рис. 2).



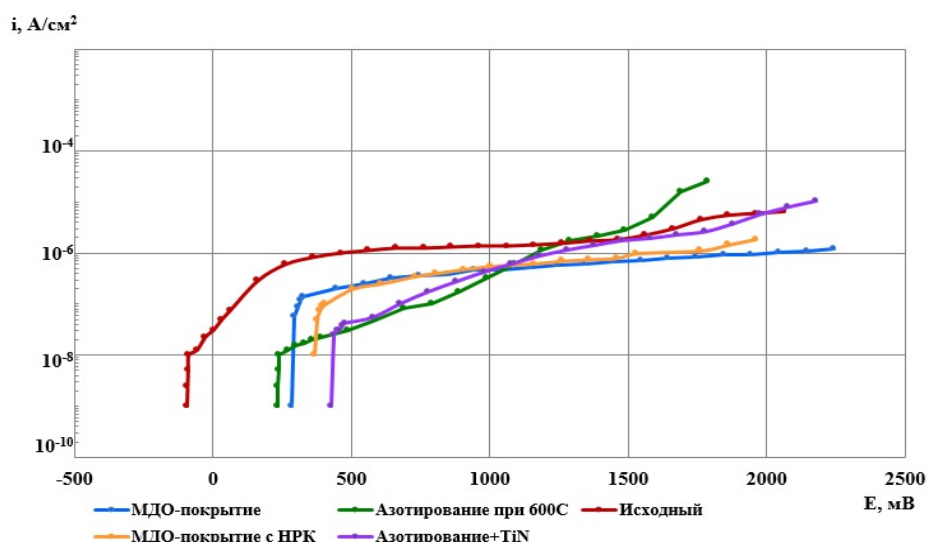


Рис. 1. Анодные поляризационные кривые образцов из сплава BT1–0

Формирование МДО-покрытия на поверхности образцов из сплава BT20 (рис. 3), наоборот, приводит к снижению коррозионной стойкости по сравнению с исходным состоянием, о чем свидетельствует увеличение плотности тока пассивного состояния. При достижении потенциала +500 мВ, которое, по-видимому, обусловлено особенностями строения покрытия – высокой пористостью.

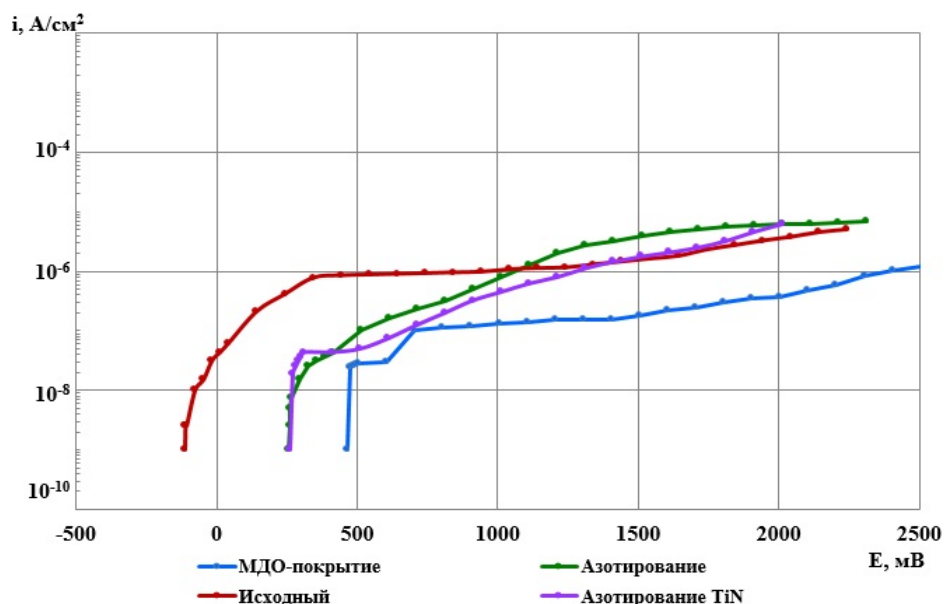


Рис. 2. Анодные поляризационные кривые образцов из сплава BT6

Сравнение электрохимических характеристик всех образцов показало, что наиболее высокую коррозионную стойкость после нанесения МДО-покрытия имеют образцы из сплава BT6.

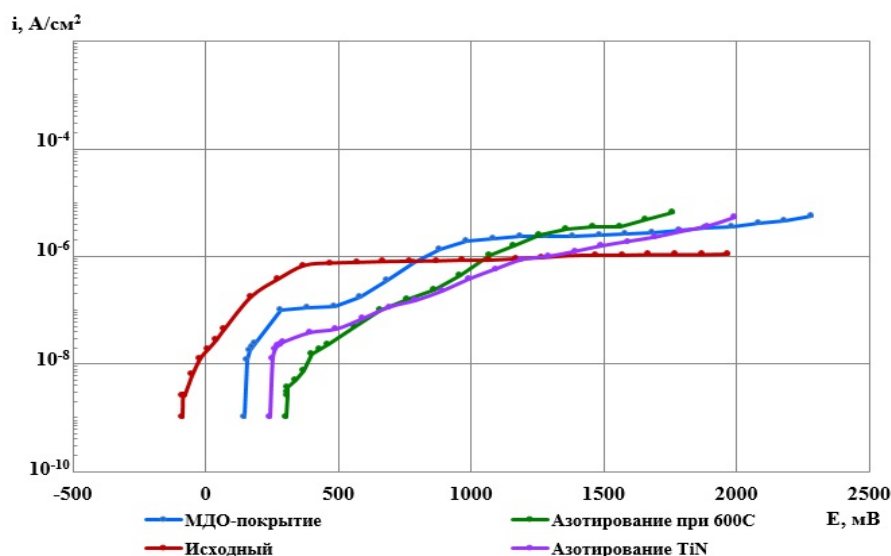


Рис. 3. Анодные поляризационные кривые образцов из сплава ВТ20

Анализ анодных поляризационных кривых, полученных для образцов из сплава ВТ20, показал, что после нанесения МДО-покрытия коррозионная стойкость снижается по сравнению с исходным (без покрытия) образцом.

Можно предположить, что наблюдаемые различия в коррозионной стойкости образцов с МДО-покрытиями, по-видимому, обусловлены различной пористостью и разницей в их фазовом составе (соотношении рутила и брукита). Известно, что при нагреве образца до 750 °С брукит переходит в иную модификацию  $\text{TiO}_2$  (рутил).

Таким образом, можно сделать вывод, что свойства МДО-покрытий, такие как пористость, фазовый состав, и следовательно, коррозионная стойкость, в значительной степени, определяются не только химическим составом подложки, но и параметрами самого процесса МДО (составом электролита, величиной напряжения, плотностью тока и др.). Поэтому для формирования качественного плотного МДО-покрытия на титановых сплавах, обладающего высокими защитными свойствами, необходим индивидуальный подбор всех параметров. Это достаточно длительный и трудоемкий процесс, требующий дальнейшего изучения.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Корнилов И. И. Титан / И. И. Корнилов. Москва : Наука, 1975. 305 с.
2. Суминов И. В. Микродуговое Оксидирование (обзор): учебное пособие / И. В. Суминов, А. В. Эпельфельд, Б. Л. Крит. Москва : РГТУ «МАТИ», 2001. 38 с.
3. Применение материалов на основе титана для изготовления медицинских имплантатов: учебное пособие / А. А. Ильин [и др.]. Москва : Металлы, 2002. 105 с.

**М. Д. Скрябин, А. А. Хлыбов**

Нижегородский государственный технический университет им. Р. Е. Алексеева,  
г. Нижний Новгород

*e-mail: nntu@nntu.ru*

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук *А. А. Хлыбов*

## ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ ЦЕМЕНТОВАННОГО СЛОЯ ХРОМОНИКЕЛЕВЫХ СТАЛЕЙ

Проведено исследование структуры и физико-механических свойств цементованных слоёв хромоникелевой стали 12ХН3А. Произведена качественная и количественная оценка насыщения поверхности, проведено измерение микротвёрдости. Предложен изотермический отжиг для более точного определения цементованного слоя по микроструктурному анализу.

*Ключевые слова:* цементация, цементованный слой, химико-термическая обработка, микротвёрдость, микроструктурное исследование.

***М. D. Skryabin, A. A. Hlybov***

## RESEARCH OF PROPERTIES OF THE CEMENTED LAYER CHROMONICKEL STALY

The research of structure and physicomechanical properties of the cemented coverings of chromonickel steel 12ХН3А is conducted. Quality and quantitative standard of saturation of a surface is made, measurement of microhardness is taken. Isothermal annealing for more exact definition of the cemented layer according to the microstructural analysis is offered.

*Keywords:* cementation, the cemented layer, chemical heat treatment, microhardness, microstructural research.

Цементация хромоникелевых сталей является классическим и повсеместно применяемым методом поверхностного упрочнения. Исследование в области цементации является актуальным, поскольку в практике работы предприятий возникает необходимость корректировать процесс цементации и последующую упрочняющую термическую обработку для получения оптимальной структуры слоя.

Одним из регламентируемых параметров цементации, который гарантирует работоспособность конструкционной детали в высоконапряжённых условиях работы, является толщина цементованного слоя [1].

В хромоникелевых сталях определить толщину цементованного слоя по микроструктуре после охлаждения на воздухе от температуры

цементации с высокой точностью достаточно сложно по следующим причинам [2]:

1. Получается многослойная структура от поверхности к сердцевине, состоящая из мартенсита, аустенита, троостита, сорбита и феррита.
2. Поскольку хромоникелевые стали закаливаются на воздухе, то структурные зоны менее чётко видны и расположены ближе к сердцевине.
3. Склонность таких сталей к формированию вторичной структурной полосчатости [3] усугубляет трудности при определении толщины цементованного слоя.

Поэтому для установления структурных признаков с целью определения толщины цементованного слоя приходится ориентироваться на параметр, которых не зависит от скорости охлаждения деталей. Данным параметром является распределение углерода по глубине изделия. Приняв в качестве критерия – расстояние от поверхности до зоны с содержанием углерода в среднем 0,4 %. Предварительно следует определить, какая структура для данной марки стали при конкретной скорости охлаждения соответствует указанному содержанию углерода. Что значительно усложняет данную методику определения слоя.

В массовом производстве толщину цементованного слоя определяют по макроструктуре, получаемую в водном растворе азотной кислоты. В этом случае за толщину принимают расстояние от поверхности до границы тёмной зоны без учёта части переходного слоя. Из-за явления подкаливания на воздухе, тёмная троститная зона распространяется на полную глубину слоя и в определении толщины цементованного слоя до полупереходной зоны увеличивается действительная величина слоя [4].

В хромоникелевых сталях точно определить толщину цементованного слоя возможно на поперечном шлифе по распределению микротвёрдости от поверхности по глубине слоя до контрольного значения микротвёрдости полупереходного слоя, что соответствует содержанию углерода 0,4 % [5].

Исходя из вышесказанного, возникает необходимость разработки методики, для определения полупереходной зоны с большей точностью.

Для чёткого разграничения сердцевины, переходного и цементованного слоя на микроструктуре хромоникелевых сталей предложена дополнительная термическая обработка после цементации – изотермический отжиг.

Режим изотермического отжига включает в себя нагрев образца до температуры аустенитного состояния, выдержку при данной температуре в течение 0,5 часов с целью получения гомогенного аустенита. Охлаждение на воздухе до температуры 590–630 °С, и выдержка при данной температуре в течение 2 часов, когда переохлаждённый аустенит цементованной хромоникелевой стали с содержанием углерода от 0,8 до

0,3 % обладает минимальной устойчивостью. Далее охлаждение с печью до 300 °С, потом на воздухе. В итоге получается равновесная структура, где переходная зона с соотношением 50 % феррита и 50 % перлита определяется наиболее точно [6].

В качестве эксперимента в печах СШЦ 6,6/9,5 была проведена газовая цементация образцов из стали 12ХН3А, обеспечивающему толщину цементованного слоя до полупереходной зоны 1,00–1,20 мм.

Из-за повышенного содержания никеля сталь 12ХН3А в процессе охлаждения после газовой цементации на воздухе подверглась подкаливанию (рис. 1). В результате травления в азотной кислоте, тёмная троститная зона распространилась на полную глубину слоя (до участков с 0,25–0,30 % углерода). Следовательно, толщина цементованного слоя оказалась больше действительной величины слоя до полупереходной зоны. Для доказательства данного утверждения было произведено измерение микротвёрдости на поперечном шлифе после цементации от поверхности к сердцевине (рис. 2).

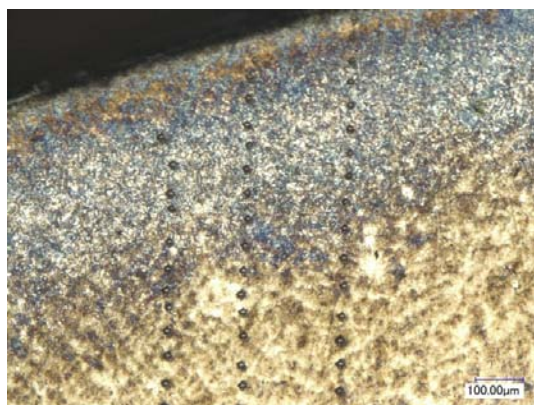


Рис. 1. Микроструктура цементованного слоя стали 12ХН3А после цементации и охлаждения на воздухе

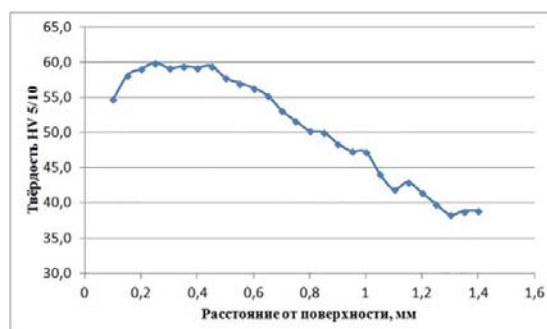


Рис. 2. Распределение микротвёрдости от поверхности к сердцевине в стали 12ХН3А после цементации и охлаждения на воздухе

Изотермический отжиг образцов из стали 12ХН3А после газовой цементации позволяет избежать структурной полосчатости и

сформировать равновесную феррито-перлитную структуру (рис. 3). В результате получаем микроструктуру, на которой можно наиболее точно определить полупереходную зону с равным количеством феррита и перлита, и содержанием углерода в среднем 0,4 %.



Рис. 3. Микроструктура поверхностного слоя стали 12ХН3А после изотермического отжига

1. Толщина цементованного слоя является одним из основных регламентированных параметров оценивающих качество цементации.
2. Поскольку хромоникелевые стали склонны к структурной вторичной полосчатости [3] и подкаливаются на воздухе, то определить цементованный слой до полупереходной зоны достаточно сложно.
3. Изотермический отжиг позволяет определить полупереходную зону наиболее точно.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Лахтин Г. А. Химико-термическая обработка металлов: учеб. пособие для вузов / Г. А. Лахтин, Б. Н. Арзамасов. Москва : Изд-во Металлургия, 1985. 256 с.
2. Валько А. Л. Определение толщины цементованного слоя хромоникелевых сталей / А. Л. Валько, Е. И. Мосунов, С. П. Руденко // Литьё и металлургия. 2012. Т. 107. № 66. С. 106–109.
3. Воробьев Р. А. Структура промышленных сплавов. Углеродистые и легированные стали: учеб. пособие / Р. А. Воробьев, В. Н. Дубинский. Нижний Новгород : НГТУ им. Алексеева, 2015. 101 с.
4. Коротин И. М. Контроль качества термической обработки металлов: учеб. пособие / И. М. Коротин. Москва : Высшая школа, 1980. 192 с.
5. Новиков И. И. Теория термической обработки металлов: учебник / И. И. Новиков. 2 изд. Москва : Металлургия, 1974. 400 с.
6. ГОСТ 8233–56. Сталь. Эталоны микроструктур. Москва : Издательство стандартов, 1956. 12 с.

***И. В. Морунов<sup>\*</sup>, С. Е. Крылова<sup>1</sup>, С. П. Оплеснин<sup>2</sup>***

<sup>1</sup> Оренбургский государственный университет, г. Оренбург

<sup>2</sup> ООО «Технология», г. Оренбург

<sup>\*</sup> *morunov.ivan@mail.ru*

Научный руководитель – доцент кафедры материаловедения  
и технологии материалов *С. Е. Крылова*

## **ОЦЕНКА ДЕФЕКТОВ РЕАЛИЗАЦИИ ПРОЦЕССА ЛАЗЕРНОЙ НАПЛАВКИ В ПРОМЫШЛЕННЫХ УСЛОВИЯХ**

Произведена оценка дефектов, возникающих при реализации процесса лазерной наплавки непрерывным оптоволоконным инттербиевым лазером ЛС-2 в составе роботизированного комплекса лазерной обработки.

Приведены структурные характеристики наплавленного слоя, представляющего собой композиционную смесь порошковых материалов на коррозионностойкую сталь 20Х13.

*Ключевые слова:* лазерная наплавка, многокомпонентные порошковые композиции, износостойкость, коррозионно-стойкие стали, оценка дефектов.

***I. V. Morunov, S. E. Krylova, S. P. Oplesnin***

## **EVALUATION OF DEFECTS IN THE IMPLEMENTATION OF THE LASER SURFACING PROCESS IN INDUSTRIAL CONDITIONS**

An estimation of the defects arising during the laser surfacing process by a continuous fiber-optic interbium laser LS-2 as part of a robotic laser processing complex was made.

Structural characteristics of the deposited layer representing a composite mixture of powder materials on corrosion-resistant steel 20X13 are given.

*Keywords:* laser surfacing, multicomponent powder compositions, wear resistance, corrosion-resistant steels, defect evaluation.

При реализации процесса лазерной наплавки порошковыми материалами в среде защитных газов на основе низко- и среднеуглеродистых нелегированных сталей в наплавленном слое могут возникать следующие дефекты: кристаллизационные трещины, отслоения, занижения по высоте, вырывы, вспучивания и трещины после механической обработки – рисунок 1.

Из рисунка 1 видно, что при непрерывном режиме лазерной наплавки в отдельно расположенных валиках образуются поперечные



трещины, которые находятся друг от друга на расстоянии 0,8 мм и более по длине наплавки.

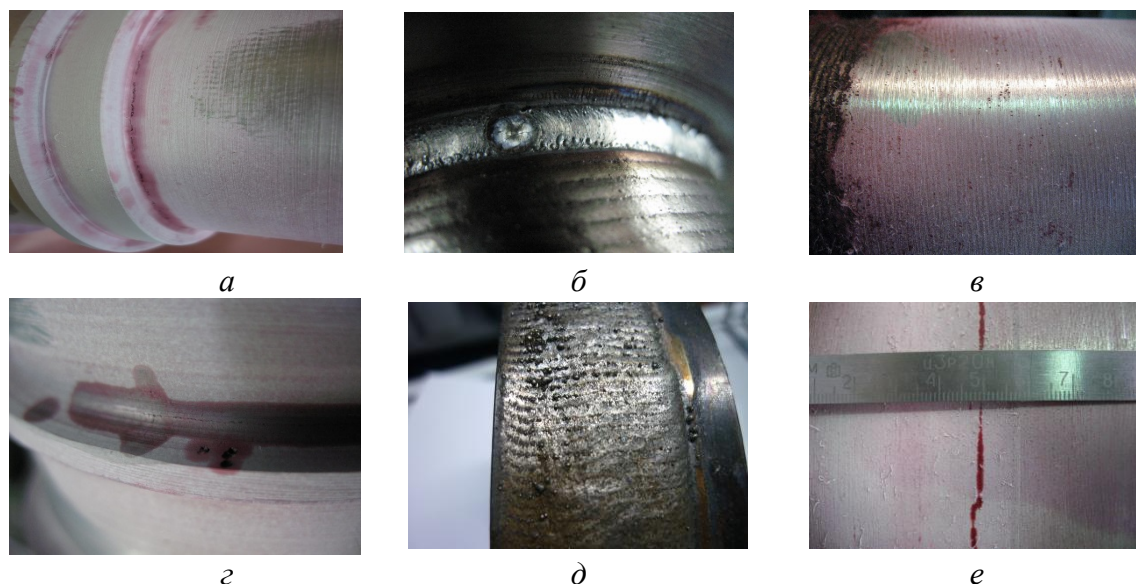


Рис. 1. Виды дефектов в наплавленных покрытиях:

*а* – Кольцевой непровар в области галтели, *б* – трещинообразование в области кратера, *в* – занижение по высоте, *г* – вырывы, *д* – вспучивание, *е* – трещины после механической обработки

В слое, состоящем из нескольких перекрывающих друг друга валиков, наряду с поперечными трещинами, переходящими из валика в валик, образуются продольные трещины. Это характерно при использовании порошков системы Ni–Cr–B–Si, а также на основе меди и железа.

Иной характер носят трещины при наплавке технически чистого никеля, а также хрома. В валиках образуются радиально расположенные трещины, при чем они присутствуют и в последней точке воздействия лазерного пучка (кратер) – рис. 1 (*б*).

При наплавке порошками на основе карбида вольфрама трещины ориентированы как в продольном, так и в поперечном направлениях в виде сетки.

Наиболее исследованы порошковые материалы системы Ni–Cr–B–Si. Зародыши трещин располагаются по зонам срастания дендритов, имеют длину от 20 до 140 мкм и, как правило, не выходят на поверхность наплавки. Трещины большой протяженностью, идущие перпендикулярно от линии сплавления к поверхности валика, пересекают как элементы первичных форм кристаллизации в виде дендритов, так и межкристаллитные, и носят прямолинейный характер, рис. 2 [1].



Рис. 2. Сетка трещин по зонам срастания дендритов

Опыт использования в качестве наплавочных композитных порошковых материалов на основе никелевых сплавов с использованием концентрированных источников нагрева дает положительные результаты повышения стойкости против образования кристаллизационных трещин. Высокие скорости охлаждения уменьшают процессы ликвации, способствуя сужению температурного интервала хрупкости за счет смещения его нижней границы в высокотемпературную область. При этом повышается деформационная способность металла, а также снижаются максимальные значения продольных и поперечных деформаций в оплавленном металле, что резко повышает технологическую прочность.

Скорость наплавки оказывает неоднозначное влияние на склонность металла валика в образовании трещин. Увеличение мощности лазерного излучения приводит к увеличению склонности наплавляемого металла к появлению трещин.

Фактографические исследования поверхности трещин (рис. 3) позволяют определить характер разрушения, и установить в каком состоянии находится металл во время образования трещины.

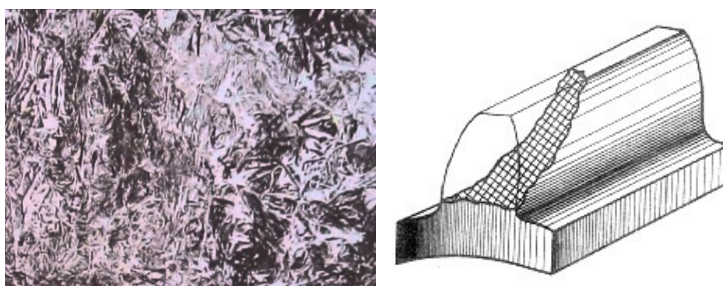


Рис. 3. Фактографический излом наплавленного слоя

На механизм образования трещин оказывает влияние массовый расход подаваемого порошка. С повышением расхода порошка растет высота наплавленного слоя, а так же разность температур предыдущего и последующего валика, что приводит к увеличению упругопластических деформаций растяжения металла в ТИХ и, как результат, возрастанию трещинообразования. При этом повышается и уровень остаточных

напряжений, способствуя распространению трещин в низкотемпературной зоне.

В то же время со снижением расхода подавляемого порошка при постоянной плотности и мощности лазерного излучения происходит дополнительный подогрев металла, основы, в процессе наплавки в ТИХ и, следовательно, уменьшению коэффициента трещинообразования.

Предварительный подогрев наплавляемой детали уменьшает вероятность образования трещин. Повышение температур подогрева самого порошка ведет к уменьшению количества трещин [2].

Другим распространенным дефектом являются поры в наплавленных валиках, рис. 1(д). Для того чтобы устранить поры и избежать образования трещин, производят прокалку присадочных материалов в сушильных шкафах при температуре 150–200 °С в течение 2–3 часов. На порообразование оказывает влияние и гранулометрический состав порошка, так как от него зависит так же производительность процесса наплавки, коэффициент использования присадочного материала, технологическая прочность и поглощательная способность. Обычно применяют порошковый материал с диаметром частиц 40–160 мкм, позволяющий существенно уменьшить или полностью исключить порообразование в наплавленных валиках. Для получения порошка необходимой грануляции он должен быть предварительно просеян для разделения его на фракции по крупности частиц. Просев выполняется на механизированных установках или вручную с помощью специальных сит [3].

С соблюдением вышеуказанных положений и требований к наплавочным материалам выполнили процесс лазерной наплавки на оборудовании непрерывный иттербиевый волоконный лазер ЛС-2 (ООО «НТО «ИРЭ-Полус», Россия). В качестве основы выбрана коррозионностойкая сталь 20Х13. Применение: энергетическое машиностроение и печестроение; турбинные лопатки, болты, гайки, арматура крекинг-установок с длительным сроком службы при температурах до 500 градусов; сталь мартенситного класса.

Таблица 1

Химический состав стали 20Х13 по ГОСТ 5632–72

Химический состав, %							
С	Si	Mn	Ni	S	P	Cr	Fe
0,16–0,25	0,6	0,6	0,6	0,025	0,03	12–14	~84

В качестве наплавочной композиции применяем ПР-20Х13Н2:ПР-НХ17СР3 в соотношении 3 : 1.

Таблица 2

## Химический состав порошка ПР-20Х13Н2

Номинальный химический состав, %				
Основные компоненты				
Fe	Cr	Ni	Mn	C
основа	13,0	2,2	0,8	0,2

Таблица 3

## Химический состав порошка ПР-НХ17СР3

Номинальный химический состав, %					
Основные компоненты					
Ni	C	Cr	Si	B	Fe
основа	1,0	17,0	3,1	3,1	< 5

После лазерной наплавки провели микроскопический анализ наплавленного слоя и диффузионной зоны на световом микроскопе Микровизор. Результаты структурного анализа представлены на рис. 4.

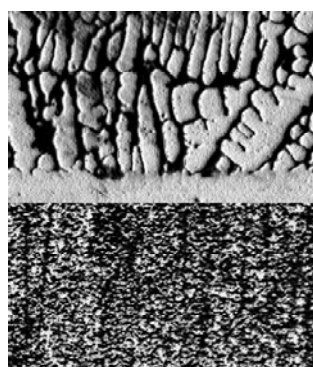


Рис. 4. Металлография поверхностного слоя при лазерной наплавке

Микроскопический анализ и дюрOMETрические исследования наплавленного слоя и зоны сплавления показывают, что структура поверхностного слоя представляет собой мартенсит с равномерно распределенными карбидными включениями, типа  $(Cr, Fe)_{23}C_6$ . Ближе к зоне сплавления наблюдается структура, состоящая из вытянутых столбчатых кристаллов, имеющих неправильную форму и направление роста, соответствующее теплоотводу и пропорциональное градиенту температур. Переходного слоя, резко отличающегося от основного металла, при этом не образуется, граница сплавления еле видна на микрофотографиях.

Таким образом, разработанный режим лазерной наплавки обеспечивает формирование износостойкого слоя, соответствующего

техническим требованиям ТКД на ремонт и восстановление изношенной детали. Получено бездефектное высоколегированное покрытие с твёрдостью 50–55 HRC.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Григорьянц А. Г. Технологические процессы лазерной обработки: учебник / А. Г. Григорьянц, И. Н. Шиганов, А. И. Мисюров. Москва : Изд-во МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2006. 664 с.
2. Шевченко О. И. Управление структурой, составом и свойствами покрытий при плазменной наплавке / О. И. Шевченко. Нижний Тагил: НТИ (фил.) УГТУ–УПИ, 2006. 290 с.
3. Морунов И. В. Применение лазерной наплавки для упрочнения и восстановления деталей машиностроения / И. В. Морунов, С. Е. Крылова // Университетский комплекс как региональный центр образования, науки и культуры: материалы Всероссийской научно-методической конференции. Оренбургский государственный университет, 2017. С. 159–162.

***И. В. Морунов<sup>\*</sup>, С. Е. Крылова<sup>1</sup>, С. П. Оплеснин<sup>2</sup>***

<sup>1</sup> Оренбургский государственный университет, г. Оренбург

<sup>2</sup> ООО «Технология», г. Оренбург

<sup>\*</sup> *morunov.ivan@mail.ru*

Научный руководитель – доцент кафедры материаловедения  
и технологии материалов *С. Е. Крылова*

## **ПРИНЦИП ЛАЗЕРНОЙ НАПЛАВКИ ПОРОШКОВЫМИ МАТЕРИАЛАМИ В СРЕДЕ ЗАЩИТНЫХ ГАЗОВ КОРРОЗИОННО-СТОЙКИХ СТАЛЕЙ**

Представлены результаты разработанной промышленной технологии восстановления поверхности коррозионно-стойких сталей методом лазерной наплавки. Выполнена оценка преимуществ и особенностей метода непрерывной лазерной наплавки порошковыми материалами в среде защитных газов. Произведены дюрметрические исследования и неразрушающий контроль наплавленного слоя на наличие дефектов.

*Ключевые слова:* лазерная наплавка, переходной диффузионный слой, карбидное упрочнение поверхностного слоя, многокомпонентные порошковые композиции, износостойкость, коррозионно-стойкие стали.

***I. V. Morunov, S. E. Krylova, S. P. Oplesnin***

## **THE PRINCIPLE OF LASER PURIFICATION BY POWDER MATERIALS IN THE ENVIRONMENT OF PROTECTIVE GASES CORROSIVE-STEEL STEEL**

The results of the developed industrial technology for surface restoration of corrosion-resistant steels by laser surfacing are presented. A comparative analysis of the microstructure of the welded wear-resistant layer, the fusion zone with the base material and the diffusion zone is given for different technological surfacing regimes. Dyrometric studies and non-destructive testing of the deposited layer for defects were performed.

*Keywords:* laser surfacing, transition diffusion layer, carbide hardening of the surface layer, multicomponent powder compositions, wear resistance, corrosion-resistant steels.

Существует множество методов восстановления изношенных поверхностей деталей машин, среди которых лазерная наплавка – наиболее актуальный. Данный метод применим при восстановлении изношенных или повреждённых поверхностей деталей энергетической, машиностроительной и нефтегазовой отрасли, выполняемых из

сложнолегированных сталей, в том числе импортного исполнения, для которых лазерная наплавка экономически выгодный процесс с точки зрения материальных затрат и времени на обработку.

Лазерная наплавка заключается в нанесении на поверхность обрабатываемого изделия покрытия путём расплавления основы и присадочного материала. Поскольку основа подплавляется минимально, свойства покрытия главным образом зависят от свойств присадочного материала [1].

#### **К процессу наплавки предъявляют следующие требования**

1. Обеспечение прочного и надёжного сцепления основного и присадочного металлов.
2. Исключение образования пор и трещин.
3. Снижение остаточных напряжений и деформаций.
4. Уменьшение перемешивания металла основы с металлом наплавки.
5. Обеспечение проведения наплавки с минимальной глубиной проплавления основы.
6. Увеличение коэффициента использования присадочного металла.
7. Снижение стоимости процесса.
8. Повышение производительности и комфортности труда [2].

Исходя из существующих требований, метод нанесения покрытий непрерывным лазерным воздействием имеет ряд неоспоримых преимуществ: обеспечение адгезионной прочности основного и присадочного металла; низкие остаточные напряжения и деформация; обеспечение ведения процесса с минимальной глубиной проплавления основы; увеличение коэффициента использования наплавляемого материала.

В данной работе процесс лазерной наплавки осуществляли на роботизированном лазерном комплексе, основанном на мощном многомодовом иттербиевом волоконном лазере непрерывного действия ЛС-2. Наплавка осуществлялась коаксиальным методом, наплавочной порошковой самофлюсующейся композицией ПР-20Х13Н2:ПР-НХ17СР3 в соотношении 3 : 1 в среде защитных газов. Внешний вид, характеристики и рабочие параметры комплекса лазерной наплавки представлены на рис. 1 и в табл. 1.





Рис. 1. Роботизированный лазерный комплекс ООО «Технология»

**Состав комплекса:**

- современный шестиосевой робот-манипулятор ABB IRB4600 (Швейцария);
- вращатель с регулируемой частотой вращения для точного позиционирования деталей;
- порошковый дозатор, регулирующий скорость подачи наплавочной смеси в область лазерного излучения;
- мощный непрерывный иттербиевый волоконный лазер ЛС-2 (ООО «НТО «ИРЭ-Полус», Россия);
- программное обеспечение, позволяющее синхронизировать все элементы комплекса и работать в автоматическом режиме.

Таблица 1

Параметры лазерной установки ЛС-2

Тип	Длина волны, нм	Мощность, Вт	Режим генерации лазера	Класс опасности
Иттербиевый волоконный лазер	1070	2000	непрерывный (НГ)	IV

Комплекс оборудования позволяет реализовывать объёмное и локальное восстановление и упрочнение изделий различной геометрии, осуществляя, как однослойную, так и многослойную порошковую наплавку и получая износостойкий слой заданной толщины, структуры и твёрдости на изделиях различной номенклатуры – рис. 2.

Для решения вопроса о качественном восстановлении деталей, изготовленных из легированных сталей, проведён ряд экспериментов и опытным путем отработаны типовые режимы, позволяющие проводить бездефектную наплавку износостойкого слоя. Основываясь на известных марках основных материалов 20X13, 30X13, 38XM2ЮА, 10X18H9T и др. и композициях металлических порошков отечественных и зарубежных

производителей, были подобраны базовые составы многокомпонентных сложнолегированных наплавочных смесей, позволяющих осуществлять наплавку с заданной твёрдостью. Регулируя составы композиций возможно получать наплавленные слои с твёрдостью от 22 до 50 HRC [3].

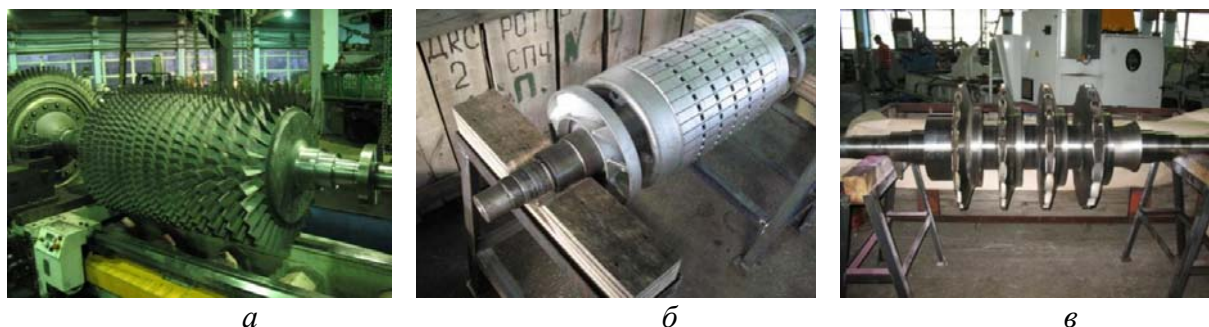


Рис. 2. Изделия, восстановленные лазерной наплавкой: *а* – ротор ТВД SD-31; *б* – ротор электродвигателя; *в* – ротор насоса

Отработка режимов наплавки велась на низкоуглеродистых нержавеющей сталях 20Х13 и 30Х13 ( $\sigma_b = 640...730$  МПа,  $\sigma_{0,2} = 440...580$  МПа,  $\delta = 12...16$  %) в отожжённом состоянии. Исходя из требований к структуре, химическому составу и твёрдости поверхностного слоя, учитывая состав и свойства основного материала, была подобрана наплавочная порошковая композиция ПР-20Х13Н2:ПР-НХ17СР3, в соотношении 3 : 1, представляющая собой самофлюсующуюся порошковую смесь с размером фракции 40–100 мкм.

Таким образом, при реализации эксперимента высокая точность наведения лазерного луча на место наплавки в совокупности с локальностью действия лазерного излучения позволили получить высококачественные наплавленные слои с требуемым химическим составом и структурно-механическими характеристиками рабочей поверхности без коробления и поволоков детали при термическом воздействии, а также исправить строго определённые участки дефектных деталей.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Влияние технологических параметров газопорошковой лазерной наплавки на структурные характеристики восстановленного поверхностного слоя коррозионностойких сталей / С. Е. Крылова [и др.]. // Металловедение и термическая обработка металлов. 2017. № 10 (748). С. 35–40.
2. Григорьянц А. Г. Технологические процессы лазерной обработки: учебник / А. Г. Григорьянц, И. Н. Шиганов, А. И. Мисюров. Москва: Изд-во МГТУ им. Н. Э. Баумана, 2006. 664 с.

3. Морунов И. В. Применение лазерной наплавки для упрочнения и восстановления деталей машиностроения / И. В. Морунов, С. Е. Крылова // Университетский комплекс как региональный центр образования, науки и культуры: материалы Всероссийской научно-методической конференции. Оренбургский государственный университет, 2017. С. 159–162.

**Л. В. Чучкова\*, О. Г. Ленивцева, А. С. Белов, А. Д. Вялова**

Новосибирский государственный технический университет, г. Новосибирск

\* *L\_Chuchkova@bk.ru*

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук *А. А. Батаев*

**СТРУКТУРА И СВОЙСТВА СПЛАВОВ СИСТЕМЫ Ti–TiB–TiC,  
СФОРМИРОВАННЫХ ПРИ ОБРАБОТКЕ  
ВЫСОКОКОНЦЕНТРИРОВАННЫМ ЭЛЕКТРОННЫМ ЛУЧОМ  
В ВОЗДУШНОЙ АТМОСФЕРЕ**

В работе представлены результаты исследований покрытий, полученных при наплавке порошка карбида бора на титан методом электронно-лучевой обработки в воздушной атмосфере. Сформированные покрытия состоят из частиц карбида и борида титана, которые обладают высокой прочностью, жаро- и износостойкостью. Изменение концентрации наплавляемого порошка карбида бора привело к увеличению размера упрочняющих частиц, повышению толщины легированного слоя до 1,65 мм и среднего уровня микротвердости до 6410 МПа. Износостойкость исследуемых образцов увеличилась в 3 раза в сравнении с титаном.

*Ключевые слова:* структура покрытий, титановый сплав ВТ1-0, борид титана, карбид титана, электронно-лучевая обработка, микротвердость, износостойкость.

***L. V. Chuchkova, O. G. Lenivtseva, A.S. Belov, A. D. Vyalova***

**STRUCTURE AND PROPERTIES OF Ti–TiB–TiC SYSTEM ALLOYS  
FORMED BY PROCESSING WITH A HIGHLY CONCENTRATED  
ELECTRON BEAM IN THE AIR ATMOSPHERE**

The paper presents the analysis of coatings formed by cladding of boron carbide powders on the titanium. The coatings consist of titanium carbide and titanium boride particles, which have high strength, wear and heat resistance. The change in the concentration of boron carbide powder leads to an increase in the size of the hardening particles, the thickness of the alloying layer enlarges up to 1,65 mm, and an average microhardness grows to 6410 MPa. The wear resistance of the samples is 3 times higher in comparison with titanium.

*Keywords:* structure of coatings, titanium alloy VT1-0 (Cp–Ti), titanium boride, titanium carbide, electron beam treatment, microhardness, wear resistance.

В настоящее время одной из актуальных проблем машиностроения является повышение триботехнических свойств конструкционных материалов. Это связано с тем, что некоторые сплавы, несмотря на их уникальные свойства, не применимы в условиях абразивного износа. К таким металлам относятся титан и сплавы на его основе. Несмотря на его превосходную коррозионную стойкость, высокую удельную прочность и жаростойкость, применение его в промышленности ограничивает низкая износостойкость, высокий коэффициент трения и склонность титана к схватыванию в паре трения с другими материалами [1–4].

Легирование и термическая обработка титановых сплавов приводят к изменению прочностных характеристик, однако значительного улучшения триботехнических свойств не происходит [5–6]. Для повышения прочности и износостойкости титана необходимо формирование в поверхностных слоях высокопрочных частиц. Такой тип упрочнения позволяет значительно повысить триботехнические свойства на поверхности заготовки, не приводя к изменению исходной структуры и свойств в объеме материала.

Метод электронно-лучевой обработки в воздушной атмосфере позволяет сформировать в поверхностных слоях материала высокопрочные соединения (оксиды, бориды и карбиды). В тоже время, данным методом возможна обработка крупногабаритных заготовок [7].

Для создания упрочненных слоев на титановом сплаве BT1-0 был выбран порошок карбида бора, который при обработке позволяет сформировать высокопрочные частицы карбида и борида титана. Также, в состав исходной порошковой насыпки входили порошки титана и сварочные флюсы ( $\text{CaF}_2$  и  $\text{LiF}$ ). В процессе работы было реализовано 3 режима наплавки, в которых изменяемой величиной стала концентрации порошка карбида бора (10, 20 и 30 вес. %) (табл.). Параметры обработки, такие как ток пучка (28 мА), скорость перемещения образца (25 мм/с), частота сканирования (50 Гц) и плотность порошковой насыпки ( $0,2 \text{ г/см}^3$ ) оставались неизменными для всех режимов.

Таблица

Режимы обработки

№	Состав порошковой смеси, %		Ток пучка, мА	Скорость перемещения образца, мм/с
	Ti + $\text{B}_4\text{C}$	$\text{CaF}_2$ + LiF		
1	40 + 10	40 + 10	28	25
2	30 + 20			
3	20 + 30			

Металлографические исследования сформированных слоев проводились на световом и растровом электронном микроскопах Carl Zeiss



Axio Observer Z1m и Carl Zeiss EVO50 XVP, соответственно. Исследуемые поверхностно-упрочненные слои состоят из частиц карбида и борида титана равномерно распределенных в титановой матрице. Анализ дифракционных картин, полученных с поверхностей всех образцов позволил подтвердить, что покрытия состоят из  $\alpha$  ( $\alpha'$ ) – Ti, TiC и TiB. Структурные особенности упрочненных слоев представлены на рисунке.

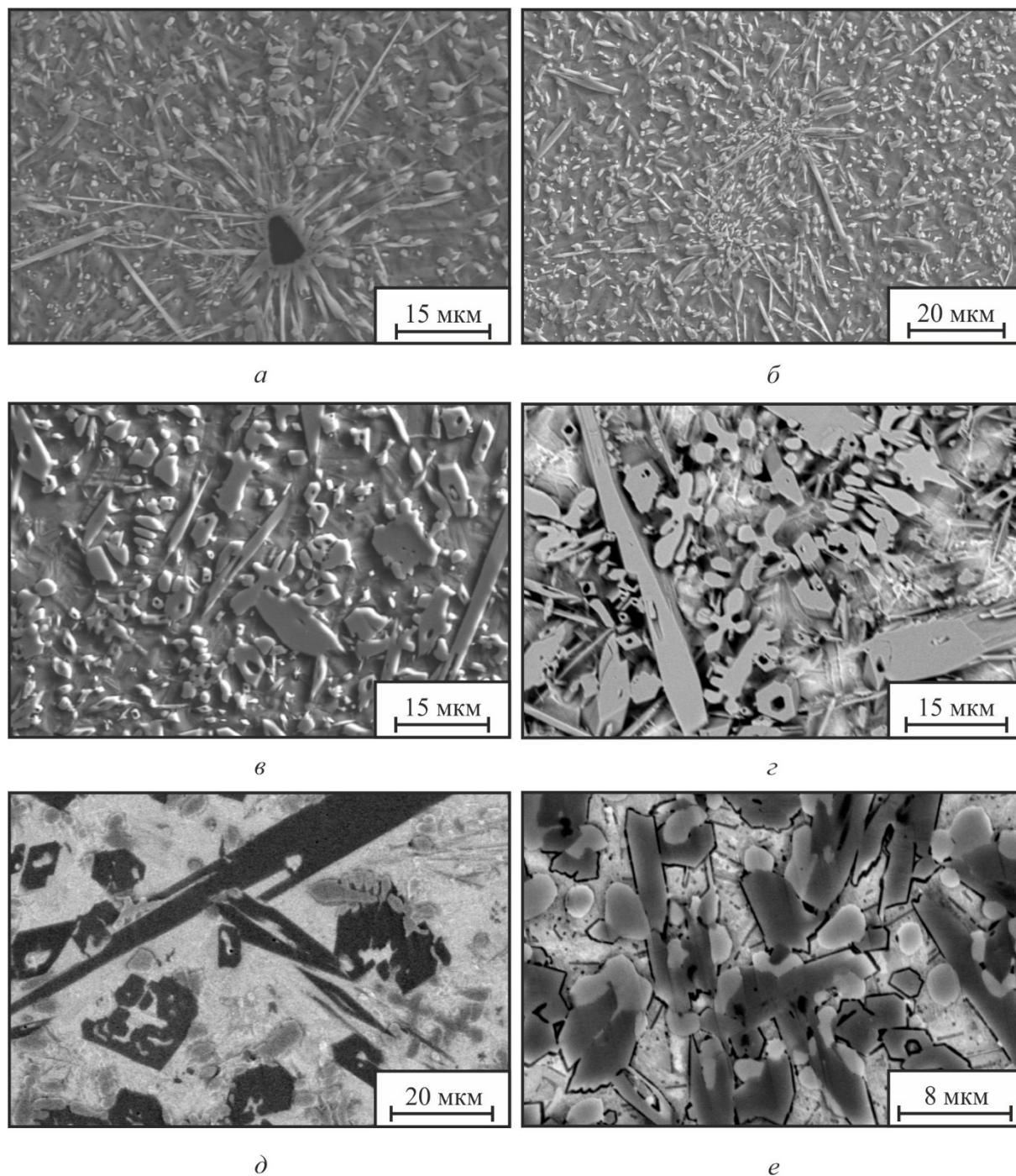


Рис. Структурные особенности исследуемых покрытий, полученных методом вневакуумной электронно-лучевой обработки: *a*, *б* – 10 вес. % B<sub>4</sub>C; *в*, *г* – 20 вес. % B<sub>4</sub>C; *д*, *е* – 30 вес. % B<sub>4</sub>C

Первый образец, полученный при наплавке 10 вес. % порошка карбида бора имеет мелкодисперсную структуру, в которой карбид титана кристаллизуется в виде отдельных мелких округлых или дендритных частиц. Борид титана имеет форму тонких игольчатых зерен или частиц неправильной шестиугольной формы. Повышение концентрации наплавляемого порошка карбида бора до 20 вес. % приводит к росту карбидных и боридных кристаллов, что видно на рис. 6, 2. Наплавка 30 вес. % порошка карбида бора позволяет сформировать в структуре крупные кристаллы борида титана, на стенках которого формируются округлые частицы карбида титана, тем самым образуя неразрывные частицы неправильной формы.

В структуре всех исследуемых образцов были обнаружены нерастворившиеся частицы порошка карбида бора вблизи зоны термического влияния. Изменение концентрации порошка карбида бора в исходной порошковой насыпке с 10 до 30 вес. % привело к увеличению толщины легированного слоя с 1,15 до 1,65 мм.

В процессе дюрометрических исследований было зафиксировано, что наплавка 10 вес. % порошка карбида бора приводит к повышению среднего уровня микротвердости по глубине легированного слоя до 4250 МПа. Максимальный уровень микротвердости исследуемых покрытий был получен у третьего образца полученного при концентрации порошка карбида бора в исходной порошковой насыпке равной 30 вес. %. Его микротвердость составила 6410 МПа, что более чем в 3,5 раза превышает твердость исходного материала основы.

Результаты испытаний на трение в условиях воздействия закрепленных абразивных частиц показали, что наплавка 10 вес. % порошка карбида бора позволяет увеличить износостойкость полученного материала в 1,3 раз, в сравнении с титановым сплавом ВТ1-0. Повышение концентрации карбида бора в исходной порошковой насыпке до 30 вес. % привело к максимальному увеличению износостойкости, которая в 2,4 раза превысила технически чистый титан.

Таким образом, можно сделать вывод о том, что применение электронного луча в воздушной атмосфере позволяет сформировать на поверхности титановых заготовок качественные покрытия толщиной до 1,65 мм. Сформированные в процессе наплавки высокопрочные частицы карбида и борида титана приводят не только к повышению среднего уровня микротвердости по глубине легированного слоя до 6410 МПа, но и позволяют увеличить износостойкость титанового сплава в условиях абразивного износа в 2,4 раза в сравнении с технически чистым титаном.



## ЛИТЕРАТУРА

1. Тавадзе Ф. Н. Коррозионная стойкость титановых сплавов / Ф. Н. Тавадзе, С. Н. Манджгаладзе. Москва : Металлургия, 1969. 208 с.
2. Цвиккер У. Титан и его сплавы / У. Цвиккер. Москва : Металлургия, 1979. 512 с.
2. Hutchings I. M. Tribology: Friction and Wear of Engineering Materials / I. M. Hutchings. Butterworth-Heinemann, 1992. P. 280.
3. Long M. Friction and surface behavior of selected titanium alloys during reciprocating-sliding motion / M. Long, H. J. Rack // Wear. 2001. V. 249. P. 157–167.
4. Илларионов А. Г. Технологические и эксплуатационные свойства титановых сплавов: учебное пособие / А. Г. Илларионов, А. А. Попов. Екатеринбург : Изд-во Урал. ун-та, 2014. 137 с.
5. Титановые сплавы в машиностроении / Б. Б. Чечулин [и др.]. Москва : Машиностроение, 1977. 248 с.
6. Influence of chemical composition of initial powders on structure and properties of «Ti–Ta–Zr» coatings fabricated on cp-titanium substrates by electron beam cladding / V. V. Samoylenko [et al.] // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 2014. V. 66. Art. 012026.

**М. О. Кувшинов<sup>\*</sup>, А. А. Хлыбов**

Нижегородский государственный технический университет им. Р. Е. Алексеева,  
г. Нижний Новгород

<sup>\*</sup>*makskuvshinov2007@yandex.ru*

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук А. А. Хлыбов

## СРАВНИТЕЛЬНЫЙ АНАЛИЗ МЕТОДОВ ПОВЕРХНОСТНОГО ПЛАСТИЧЕСКОГО ДЕФОРМИРОВАНИЯ (ППД)

В статье приведен сравнительный анализ методов поверхностного пластического деформирования (статических и динамических). Показаны преимущества и недостатки методов ППД и их влияние на эксплуатационные свойства деталей и машин.

*Ключевые слова:* поверхностное пластическое деформирование, наклеп, ультразвуковая ударная обработка, механические свойства, шероховатость.

**М. О. Kuvshinov, A. A. Khlybov**

## COMPARATIVE ANALYSIS OF THE METHODS OF SURFACE PLASTIC DEFORMATION

The article presents a comparative analysis of methods of surface plastic deformation (static and dynamics). The advantages and disadvantages of surface plastic deformation methods and their effect on the operational properties of parts and machines are shown.

*Keywords:* surface plastic deformation, cold work, ultrasonic shock treatment, mechanical properties, roughness.

В целях повышения геометрических и физико-механических характеристик поверхностного слоя, который оказывает первостепенное влияние на эксплуатационные свойства изделий, проводят отделочно-упрочняющую обработку детали.

В качестве отделочно-упрочняющей обработки широко применяются методы поверхностно-пластического деформирования. Это обусловлено их невысокой стоимостью, низкой трудоёмкостью и отсутствием стружки. Все методы ППД основаны на использовании пластических свойств металлов, способных принимать остаточные напряжения без нарушения целостности и объёма заготовки. В отличие от абразивных методов отделочной обработки при пластическом деформировании помимо улучшения геометрических свойств наблюдается также существенное упрочнение поверхности, что немаловажно для повышения долговечности

работы машин и механизмов. После ППД детали становятся более устойчивыми к усталостному разрушению, у них повышается коррозионная стойкость и износостойкость сопряжений, удаляются риски и микротрещины, оставшиеся после обработки резанием. Методы ППД могут быть применены для всех металлов, способных пластически деформироваться [2, 3].

По характеру контакта инструмента и заготовки различается *статическое* и *динамическое* ППД.

**Статические методы ППД** характеризуются стабильностью формы и размеров очага деформации благодаря стационарному контакту инструмента и заготовки [1, 4].

В качестве инструментального материала, используемого при статическом ППД, применяются износостойкие шарикоподшипниковые стали ШХ15, ШХ15СГ и ШХ20СГ; легированные стали 18ХГТ, 20Х2Н4ВА, 11Х18М, 95Х18 и 8Х4В9Ф2; природный и синтетический алмазы.

*Накатывание* позволяет снизить силы трения между инструментом и заготовкой и добиться высокой производительности процесса. В качестве инструмента используются шарики или ролики, твёрдость которых должна превышать твёрдость обрабатываемого материала. Ролики обеспечивают большую производительность. Обкатывание происходит в условиях трения качения с проскальзыванием. Благодаря самоустанавливаемости шара обеспечивается свободное вращение при трении качения между ним и обрабатываемой поверхностью. В производственной практике применяются схемы обката с жёстким и упругим контактом инструмента и заготовки.

Обкатывание шаром применяется в случаях необходимости создания глубокого упрочнённого слоя, обработки жёстких деталей, повышения производительности при использовании крупных заготовок и обработки материалов, исключаящих выглаживание алмазом ввиду сильной адгезии (титановые сплавы и др.).

В целом, накатывание обладает лучшей производительностью и позволяет добиться большей глубины, но меньшей степени упрочнения, чем алмазное выглаживание. Показатели качества поверхности составляют после обкатывания  $R_a = 0,05...1$  мкм,  $\sigma'_{ост} = -100...400$  МПа; после раскатывания  $R_a = 0,05...0,32$  мкм,  $\sigma'_{ост} = -150...400$  МПа [1, 4, 5].

*Алмазное выглаживание* характеризуется малой производительностью и невысокой стойкостью дорогостоящего инструмента. Поскольку алмаз является анизотропным материалом, для получения требуемой прочности и твёрдости при установке в оправку необходимо добиться правильной кристаллографической ориентации его положения. Алмазное выглаживание рекомендуется использовать при повышенных требованиях к шероховатости и твёрдости получаемой

поверхности, а также при обработке маложёстких деталей. Ввиду высокой твёрдости алмаза выглаживание используется для отделочно-упрочняющей обработки закалённых сталей. Поскольку алмаз практически не деформируется, а его радиус крайне мал, площадь контакта инструмента с деталью оказывается незначительной. Это обуславливает создание высоких контактных давлений даже при небольших нормальных силах, необходимых для совершения деформации.

Недостатком технологии алмазного выглаживания является невозможность обработки титановых сплавов ввиду повышенной адгезионной составляющей указанного коэффициента вследствие налипания частиц металла на деформирующий инструмент [4].

В целом, алмазное выглаживание позволяет добиться меньшей шероховатости и большей микротвёрдости обработанных поверхностей, нежели накатывание, при снижении глубины наклёпа. Необходимо отметить, что в тех случаях, когда требуется получить чистую поверхность с большой глубиной и степенью упрочнения, следует применять последовательную обработку – сначала обкатывание, а затем выглаживание. Для сокращения числа повторных ходов нужно стремиться подобрать оптимальное давление, позволяющее обработать требуемую поверхность за один рабочий проход. При этом следует иметь в виду, что путём повторных рабочих ходов может быть повышена лишь степень упрочнения, но не её глубина. Показатели качества поверхности после выглаживания составляют  $R_a = 0,05...1$  мкм,  $\sigma'_{ост} = -100...1400$  МПа [1, 4, 5].

*Дорнование* является высокопроизводительным процессом, сочетающим возможности отделочной, упрочняющей, калибрующей и формообразующей обработок. Его применяют для обработки отверстий, когда необходимо получить высокие геометрические и физико-механические характеристики поверхности. Сущность дорнования сводится к перемещению инструмента с натягом внутри не закреплённой заготовки, при этом размеры инструмента несколько превосходят диаметр отверстия. Показатели качества поверхности после дорнования составляют  $R_a = 0,1...1,6$  мкм,  $\sigma'_{ост} = -100...500$  МПа [1, 4, 5].

**Динамические методы ППД** характеризуются прерывистым импульсным внедрением индентора в заготовку. Многочисленные удары, наносимые инструментом по поверхности металла, оставляют на нём большое число локальных пластических деформаций (лунок), которые постепенно покрывают всю обрабатываемую площадь. Очаг деформации образуется в результате периодического внедрения индентора в поверхность материала и зависит от энергии удара и степени перекрытия отпечатков. При этом рисунок поверхности, как правило, состоит из сетки частично либо полностью перекрывающих друг друга лунок [1].

В качестве материала для инструмента при динамическом ППД используются различные инструментальные стали: углеродистые У10 и

У10А; быстрорежущие Р18, Р6АМ5, Р6М5К5, Р9М4К8 и Р9К5; твердосплавные ВК6, ВК8 и ВК10 (при динамическом нагружении с изнашиванием в порядке повышения устойчивости к ударным нагрузкам), а также ВК15, ВК20 и ВК25 (при динамическом нагружении без изнашивания в порядке повышения устойчивости к ударным нагрузкам) [12].

*Вибронакатывание и вибровыглаживание* применяется в случаях необходимости выдавливания на поверхности заготовки едва заметных канавок для удержания смазки и продуктов износа в процессе эксплуатации. Оно осуществляется шаром или алмазом, которым дополнительно сообщаются колебания. Изменяя амплитуду и частоту, можно получить требуемый рисунок из сетки лунок. Показатели качества поверхности после вибронакатывания составляют  $R_a = 0,06 \dots 1,6$  мкм,  $\sigma'_{ост} = -100 \dots 450$  МПа [1, 4, 5].

*Чеканка* поверхности механическим или пневматическим молотком, форма рабочей части которого соответствует профилю упрочняемой заготовки, позволяет добиться значительных сжимающих напряжений и максимальной глубины наклёпанного слоя, достигающей значения несколько десятков миллиметров. Однако шероховатость после обработки заметно ухудшается, ввиду чего следующей операцией обычно является шлифование. Показатели качества поверхности после чеканки составляют  $R_a = 8 \dots 32$  мкм,  $\sigma'_{ост} = -200 \dots 1000$  МПа [1, 4, 5].

*Дробеструйная обработка* осуществляется благодаря использованию кинетической энергии металлических шариков, которые летят в потоке воздушной струи и с высокой скоростью ударяются о поверхность заготовки, упрочняя её. Шероховатость при этом значительно ухудшается. Данный метод обычно используется для упрочнения упругих элементов подвески транспортных средств - пружин, рессор и торсионов, а также для зубчатых шестерен, шатунов, лопаток винтов и других деталей машин, имеющих сложный профиль [1, 4, 5].

*Ультразвуковая обработка (УЗО)* является относительно новым методом ППД. Деформирование поверхностного слоя производится акустической головкой, колеблющейся с ультразвуковой частотой, в которую впаян твёрдосплавный индентор. Благодаря воздействию ультразвуковых колебаний значительно снижается сопротивление металла пластической деформации. Некоторые учёные выдвигают гипотезу облегчения перемещения дислокаций внутри зёрен по плоскостям скольжения под воздействием высокочастотных колебаний, другие исследователи объясняют это явление снижением предела текучести, третьи связывают данный факт с повышением мгновенной температуры в очаге деформации и улучшением пластичности металла. Однако, поскольку время нагрева очага деформации ввиду высокой скорости и дискретности внедрения крайне мало, при УЗО не происходит релаксации остаточных напряжений и полиморфных превращений.

На первом этапе осуществляется статический прижим инструмента к заготовке с силой 50...300 Н, которая выбирается исходя из физико-механических характеристик обрабатываемой поверхности и условия исчерпания упругой деформации металла в зоне контакта, позволяя направить энергию удара на пластическую деформацию. На втором этапе включается ультразвуковой генератор и к статическому усилию добавляется динамическая сила величиной 500...2500 Н, которая обеспечивает внедрение индентора на глубину, сопоставимую с высотой исходной шероховатости профиля, приводя к пластической деформации поверхностного слоя детали.

Технология УЗО позволяет обрабатывать внешние и внутренние цилиндрические поверхности, а также плоскости – кольца, ролики и вкладыши подшипников, коренные шейки коленчатого и распределительного валов, гильзы цилиндров, тормозные диски и барабаны, направляющие качения и скольжения металлорежущих станков, валы прокатных станов, сварные швы и др.

За счёт большого количества входных факторов - частоты и амплитуды ультразвуковых колебаний, формы и радиуса индентора, силы статического прижима, скорости главного движения и величины подачи, а также недостаточной изученности их корреляции и влияния на качество получаемой поверхности технология ультразвуковой обработки является перспективным направлением научных исследований, обладая высоким потенциалом и резервами изучения. Показатели качества поверхности после УЗО составляют  $R_a = 0,05...1$  мкм,  $\sigma'_{ост} = 100...850$  МПа [1, 4, 5].

Технология упрочнения УЗО может эффективно использоваться для устранения напряженного состояния сварных соединений различных видов на изделиях из конструкционных сталей и коррозионной защиты этих соединений.

Анализируя технологические возможности различных методов ППД, можно прийти к выводу, что они покрывают большую часть всей существующей номенклатуры деталей машин.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Смелянский В. М. Механика упрочнения деталей поверхностным пластическим деформированием / В. М. Смелянский. Москва : Машиностроение, 2002. 300 с.
2. Сулима А. М. Поверхностный слой и эксплуатационные свойства деталей машин / А. М. Сулима, В. А. Шулов, Ю. Д. Ягодкин. Москва : Машиностроение, 1988. 240 с.
3. Суслов А. Г. Качество поверхностного слоя деталей машин / А. Г. Суслов. Москва : Машиностроение, 2000. 320 с.

4. Папшев Д. Д. Отделочно-упрочняющая обработка поверхностным пластическим деформированием / Д. Д. Папшев. Москва : Машиностроение, 1978. 152 с.
5. Одинцов Л. Г. Упрочнение и отделка деталей поверхностным пластическим деформированием: справочник / Л. Г. Одинцов. Москва : Машиностроение, 1987. 328 с.

**Т. В. Емельянова<sup>1\*</sup>, В. И. Грызунов<sup>2</sup>**

<sup>1</sup> ОА «МК ОРМЕТО-ЮУМЗ», г. Орск

<sup>2</sup> Орский гуманитарно-технологический институт (филиал ФГБОУ ВО ОГУ), г. Орск

\* *tatyana.emelyanova.90@mail.ru*,

Научный руководитель – проф., д-р хим. наук В. И. Грызунов

## ТЕРМОЦИКЛИЧЕСКОЕ БОРИРОВАНИЕ КАК МЕТОД УПРОЧНЕНИЯ ПОВЕРХНОСТИ ШТАМПОВОГО ИНСТРУМЕНТА

Исследовано влияние термоциклической обработки на структуру и свойства боридного слоя. Установлено значительное повышение микротвёрдости и износостойкости. Металлографическими методами определена глубина боридного слоя, его структура.

*Ключевые слова:* штамповая сталь, борирование, температура, слой, микротвёрдость, износостойкость, диффузия, термоциклирование.

***T. V. Emelyanova, V. I. Gryzunov***

## THERMOCYCLIC BORONOVANII AS A METHOD OF SURFACE HARDENING OF DIE STEELS TOOL

The influence of thermocyclic treatment on the structure and properties of boride layer. A significant increase in microhardness and wear resistance. Metallographic methods defined by the depth of the boride layer.

*Keywords:* die steel, boronovanii, temperature, layer, microhardness, wear resistance, diffusion, thermocyclic treatment.

Эффективность процесса борирования можно повысить при совмещении его с термоциклированием. Термоциклическая обработка представляет собой весьма перспективное, но достаточно сложное направление в термической обработке, так как все режимы разрабатываются экспериментально.

Суть ТЦО заключается в многократном повторении нагревов и охлаждений при термической обработке сплавов, при этом факторами, оказывающими влияния на структуру металла, являются: количество циклов, интервал термоциклирования (разница между верхней и нижней температурами цикла), наличие и отсутствие выдержек [1–3].

Цель настоящей работы – оценка эффективности применения процесса борирования, совмещённого с термоциклической обработкой, для упрочнения сталей, предназначенных для изготовления штампового инструмента.



Борирование проводилось в смеси, состоящей из глинозема ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) – 36 % + хлористого аммония ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) – 4 % + карбида бора ( $\text{B}_4\text{C}$ ) – 60 %. Обработка проводилась на штамповой стали 5ХНМ по режимам, представленным в табл. 1.

В связи с недостаточной изученностью и противоречивым пониманием взаимного влияния различных параметров термоциклирования, режимы ХТЦО выбирались преимущественно эмпирическим путём. Верхний и нижний температурные пределы определялись на основе создания температурных условий для диффузионного насыщения с целью достижения необходимой толщины слоя.

Анализ литературных данных [2, 3] показал, что рекомендуемое количество циклов при ХТЦО – не более пяти. Большее количество циклов требуется чаще всего при необходимости измельчения зерна и ликвидации цементитной сетки в эвтектоидных сталях. Время термоциклического борирования менялось в зависимости от режима от 1 часа 45 минут до 3 часов 45 минут. Время, затраченное на переключивание контейнера из одной печи в другую и на охлаждение после последнего высокотемпературного нагрева, не учитывалось. Скорость нагрева и охлаждения составляла  $14\text{ }^\circ\text{C/ч}$  (при  $t_{\min} = 740\text{ }^\circ\text{C}$ ) и  $17\text{ }^\circ\text{C/ч}$  (при  $t_{\min} = 700\text{ }^\circ\text{C}$ ).

Таблица 1

Режимы ХТЦО

№ опыта	Максимальная температура в цикле, $^\circ\text{C}$	Минимальная температура в цикле	Время выдержки при максимальной температуре, в минутах	Время выдержки при минимальной температуре, в минутах	Число циклов	Общее время процесса, мин
1	950	740	30	5	5	175
2		700	50	5	5	275
3		740	50	5	3	165
4		700	30	5	3	105
5		740	30	15	5	225
6		700	30	15	5	225
7		740	50	15	3	195
8		700	50	15	3	195
9		720	40	10	4	200

Результаты проведённых режимов отображены в табл. 2. Данные получены по результатам не менее пяти замеров толщины слоя и его микротвёрдости на трёх образцах при каждом режиме. Испытанию на износ подвергались также три образца с каждого режима.

Таблица 2

Влияние термоциклирования при борировании на глубину диффузионного слоя, его микротвёрдость и износостойкость

№ опыта	Средняя глубина упрочнённого слоя, мкм	Средняя микротвёрдость упрочнённого слоя, МПа	Средний износ по массе, мг	Средний линейный износ, мкм	Линейный износ, %
1	180	14800	0,290	0,16	0,089
2	148	13130	0,295	0,11	0,074
3	185	12200	0,318	0,18	0,097
4	162	17330	0,197	0,15	0,093
5	205	16150	0,215	0,19	0,093
6	195	15200	0,285	0,17	0,087
7	210	18400	0,205	0,14	0,067
8	185	15850	0,254	0,14	0,076
9	195	14050	0,238	0,16	0,082

Выявлено, что наиболее оптимальным режимом термоциклического борирования является режим № 7, так как после его проведения получен упрочнённый слой с наибольшей глубиной, микротвёрдостью и наименьшим износом.

Для сравнения было проведено борирование традиционным способом (изотермическое) при температуре 950 °С в течение 3 часов. При этом борирование образцов проводилось в той же насыщающей среде, что и ХТЦО. Глубина слоя, полученного традиционным способом 120–140 мкм, микротвёрдость 11200 МПа, износ по массе 0,431 мг.

Полученные микроструктуры (рис. 1), свидетельствуют о том, что слои исследуемых сталей 4Х5МФС и 5ХНМ практически лишены игольчатого строения, характерного для низколегированных сталей на основе железа. Вполне вероятно, что наличие молибдена и хрома в сталях в виде различных карбидов способствует торможению продольного роста слоя, утолщению и округлению игл боридной фазы. Эти элементы не образуют собственных боридов, а легируют бориды железа. В зависимости от характера взаимодействия их с боридными фазами железа происходит перераспределение в процессе формирования поверхностного слоя.

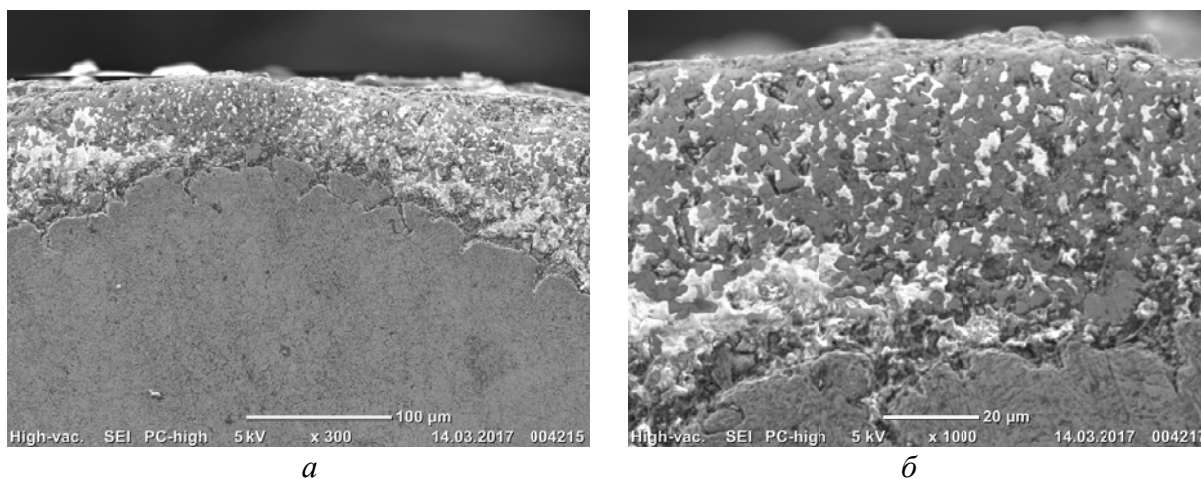


Рис. 1. Микроструктура упрочнённого слоя, образовавшегося на стали 4X5MFC после борирования при 950 °С с продолжительностью насыщения 3 часа: а –  $\times 300$ ; б –  $\times 1000$

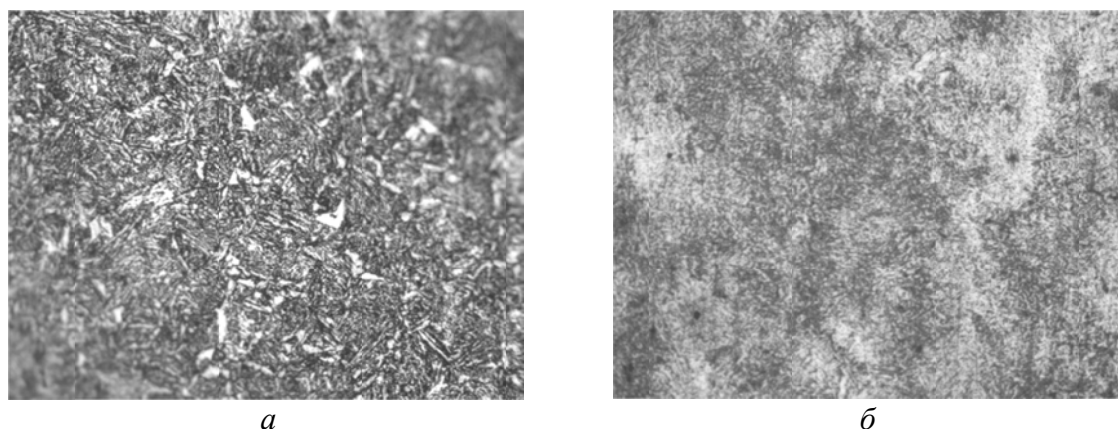


Рис. 2. Структура поверхностного слоя стали 5XHM: а – после изотермического борирования; б – после ХТЦО,  $\times 100$

На рисунке 2 приведена микроструктура поверхностного слоя стали 5XHM. Её анализ показывает, что ТЦО способствовала не только повышению глубины слоя, но и повышению его качества (меньшее количество пор, включений и разрывов в слое), что можно объяснить увеличением интенсивности диффузии бора и перераспределением примесей в процессе полиморфного превращения.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Химико-термическая обработка металлов и сплавов / Г. В. Борисенок [и др.]. Москва : Металлургия, 1981. 424 с.
2. Федюкин В. К. Термоциклическая обработка металлов и деталей машин / В. К. Федюкин, М. Е. Смагоринский. Ленинград : Машиностроение. Ленингр. отд-ние, 1989. 255 с.
3. Упрочнение поверхностных слоёв штамповых сталей борированием / Т. В. Емельянова [и др.] // Упрочняющие технологии и покрытия. 2017. № 1. С. 40–44.

***Р. В. Фоминых<sup>1</sup>, Г. В. Шимов<sup>1\*</sup>, А. С. Ефремова<sup>2</sup>, Э. А. Лямина<sup>2</sup>***

<sup>1</sup>Уральский федеральный университет имени первого Президента России

Б. Н. Ельцина, г. Екатеринбург

<sup>2</sup>ОАО «Каменск-Уральский завод по обработке цветных металлов»,

г. Каменск-Уральский

\**g.v.shimov@urfu.ru*

## **ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ ПРИЧИН БРАКА МЕДНЫХ ШИН ПРИ ПРЕССОВАНИИ НА ЛИНИИ НЕПРЕРЫВНОЙ ЭКСТРУЗИИ «CONFORM-400»**

В работе экспериментально исследован характер течения металла в очаге деформации при прессовании медных шин на линии непрерывной экструзии (ЛНЭ) «Conform-400». Подтверждена гипотеза исключающая преимущественное влияние температуры, скорости прессования и толщины облоя на возникновение пузырей и расслоений в медных шинах. Доказан факт затягивания окисленного слоя металла из колеса в форкамеру.

*Ключевые слова:* конформ, непрерывная экструзия, медные шины, внутренние расслоения, пузыри.

***R. V. Fominykh, G. V. Shimov, A. S. Efremova, E. A. Lyamina***

## **EXPERIMENTAL STUDY OF CAUSES OF REFUSED OF COPPER BUSBARES WHILE PRESSING ON THE LINE OF CONTINUOUS EXTRUSION "CONFORM-400"**

In operation the character of a current of metal in the deformation center when molding copper busbares on the Conform 400 line of the continuous extrusion (LCE) experimentally is probed. The hypothesis excluding preferential influence of temperature, speed and value of a burr on origin of surface blowhole and lamination in copper busbares is confirmed. A fact of tightening of the oxidized metal layer from a wheel to the prechamber is proved.

*Keywords:* conform, continuous extrusion, copper busbars, lamination, surface blowhole.

### **ВВЕДЕНИЕ**

Технология непрерывной экструзии CONFORM, предложенная Д. Грином в 1970 г. имеет ряд технических и экономических преимуществ, а также широкую сферу применения, причем особенно перспективной технология представляется в цветной металлургии [1].

Установки CONFORM с расширяющейся форкамерной матрицей (форкамерой) в настоящее время широко применяются для непрерывного прессования профилей из цветных металлов и сплавов, в том числе и в России, например, на Каменск-Уральском заводе ОЦМ при производстве медных шин из медной заготовки UPCUST [2]. Изучением технологии Conform и поиском оптимальных режимов прессования занимаются ученые по всему миру [3–6]. Особенно активно проводятся работы китайскими и корейскими исследователями [7, 8].

Несмотря на высокую производительность и технологичность линии непрерывной экструзии «Conform» готовые шины имеют дефекты по типу «внутренние расслоения», после термообработки на поверхности отпрессованной шины появляются дефекты типа «пузыри». Для поиска причин появления вышеуказанных дефектов и дальнейшего решения проблемы был проведен промышленный эксперимент по изучению характера течения металла в очаге деформации, а именно на границе инструмент-металл при переходе меди из желоба колеса в форкамеру.

Из-за сложного характера течения металла при прессовании с форкамерой теоретически сложно определить, как видоизменяется форма дефекта заготовки в очаге деформации. Особенностью большинства сплавов цветных металлов является то, что в них почти не происходит заваривание несплошностей в ходе пластического деформирования, поэтому любая несплошность в литой заготовке, которая не заполнена недеформируемой средой, меняет свою форму в очаге деформации, вытягивается и утоняется [9]. Из производственного опыта установлено, что преимущественно локализация дефектов типа «расслоение» происходит под поверхностью шины.

## МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

Эксперимент проводился на промышленном оборудовании, применялся «способ штифтов», когда в заготовку внедряется инородный металл, схожий с ним по пластическим характеристикам, и в дальнейшем по локализации дефекта после прессования анализируется характер течения металла. В качестве металла искусственного дефекта был выбран сплав Л63. Предварительно были изготовлены образцы овальной формы из латуни разных размеров и толщин, которые при эксперименте внедрялись в литую заготовку.

Целью работы являлось исследование в ходе физического моделирования характера течения металла в очаге деформации и установление механизма, а также качественных и количественных характеристик перехода окисленного слоя металла из желоба колеса в пресс-изделие.

Заготовки с латунными образцами задавали в конце сменного задания ЛНЭ. Перед проведением прессования были подготовлены медные

заготовки мерной длины диаметром 20 мм с наклеенными либо внедренными латунными образцами из сплава Л63 в виде овала (рис. 1). Параметры заготовок с искусственными дефектами приведены табл. 1.

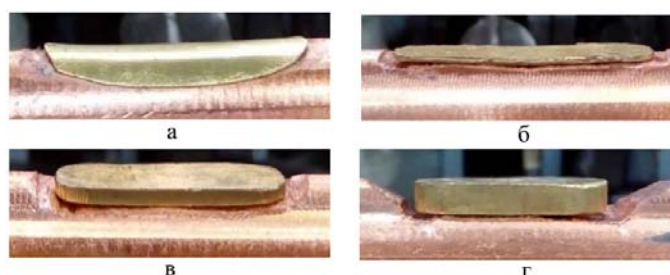


Рис 1. Искусственные дефекты из сплава Л63 в литой заготовке  
а – образцы № 1, 5; б – образец № 2; в – образцы № 3, 7; г – образцы № 4, 8

Эксперимент длился в течение 4 минут. Фиксировались параметры процесса прессования, после прессования образцы отпрессованной шины отправлялись на анализ. Заготовки с искусственными дефектами подавались последовательно в желоб колеса. С целью фиксации стыка заготовок расстояние между ними составляло примерно 100–120 мм. Скорость вращения колеса во всех экспериментах составляла 4 об/мин.

Таблица 1  
Параметры заготовок для проведения промышленного эксперимента

№ образ-ца	Искусственный дефект (сплав Л63)			Литая заготовка		Локализация искусственного дефекта	Примечание
	Длина, мм	Ширина, мм	Толщина, мм	Длина, мм	Расстояние от переднего торца, мм		
1	45	15	0,37	990	180	колесо-металл	
2	60	10	1,15	990	180	колесо-металл	
3	35	12	2,45	1010	185	колесо-металл	
4	30	13	4,8	1010	190	колесо-металл	
5	45	15	0,37	990	185	ролик-металл	
6	60	10	1,15	990	180	ролик-металл	в процесс экструзии не попал
7	35	12	2,45	990	180	ролик-металл	
8	30	13	4,80	1000	180	ролик-металл	
9				450			промежуток м/у обр. № 4 и № 5, без иск. дефекта

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Все полученные образцы шин проходили визуальный осмотр, после чего характерные участки шин с дефектами вырезались и отправлялись на

металлографические исследования в заводскую лабораторию. Результаты анализа шин приведены в табл. 2.

Результаты визуального осмотра и металлографических исследований приведены в табл. 3. В результате лабораторного анализа было установлено, что в расслоениях под поверхностью шины присутствуют следы латуни, что однозначно описывает характер течения металла в очаге деформации и подтверждает факт затягивания окисленного слоя меди из желоба колеса в форкамеру.

Таблица 2

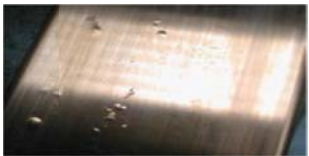




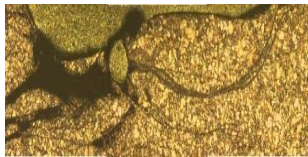


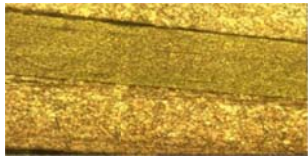
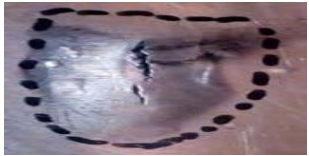

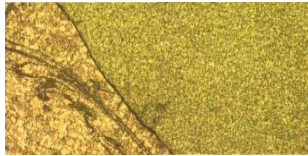


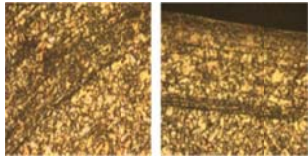

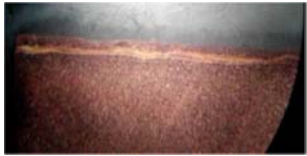
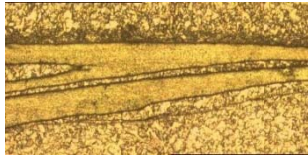




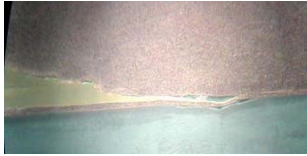
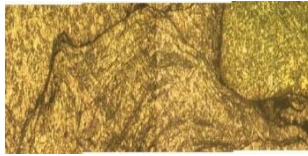


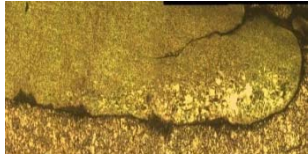
Результаты анализа шин после прессования

№ обр.	Визуальный осмотр		Место расположения искусственного дефекта	Металлографические исследования		Примечания
	Верхняя поверхность	Нижняя поверхность		Глубина залегания латуни, мм	Глубина залегания расслоений, мм	
1	небольшой «пузырь»	локализованное вспучивание различной величины и формы	контакт «колесо-металл»	3	1,5	
2	небольшие царапины	локализованное вспучивание различной величины и формы, цвет неоднородный в некоторых местах темно коричневый	контакт «колесо-металл»	6,0	1,80	Грубая внутренняя несплошность
3	небольшой «пузырь»	локализованное вспучивание различной величины и формы	контакт «колесо-металл»	до 4	до 5	
4	небольшой «пузырь» с царапиной	локализованное вспучивание различной величины и формы	контакт «колесо-металл»	5,0	до 1,25	
9	небольшие «пузыри» ближе к левой грани	без явных отклонений		не обнаружено	до 1,45	без латунного образца
5	локализованное вспучивание различной величины и формы	небольшие «пузыри»	контакт «ролик-металл»	вытянутые в продольном направлении в виде полос, глубиной 0,65 и толщиной полос 0,185	внутренние, состоящие из инородных включений черного цвета	
6	вдоль всей шины мелкие «пузыри»	локализованное вспучивание различной величины и формы		Нитевидное латунное включение	4,0	без латунного образца
7	различные дефекты в виде локализованного вспучивания различной величины и формы, и углубленной царапины	вдоль всей шины мелкие «пузыри»	контакт «ролик-металл»	2,50	1,90	
8	локализованное вспучивание различной величины и формы	различные дефекты в виде локализованного вспучивания различной величины и формы, имеется пятно в виде спайки	контакт «ролик-металл»	не обнаружено	до 2,35 мм	



Таблица 3

Результаты визуального осмотра и металлографических исследований шин  
после прессования

№ образца	Внешний вид поверхности	Внешний вид шлифов	Металлографические исследования
1			
2			
3			
4			
9			
5			
6			
7			
8			



Из табл. 3 видно, что внешний вид шлифов образцов 1, 3, 5, 7, 8 характеризуется расположением расслоений с латунью под поверхностью шины. Это свидетельствует о том, что поверхностные дефекты заготовки или, как в данном случае, не счищенный с колеса слой окисленной латуни с контакта колесо-металл или ролик-металл отрывается и переходит в форкамеры, локализуясь в дальнейшем в приповерхностных слоях шины. В образцах шины 2 и 4 латунь локализована в объеме шины, что объясняется большой толщиной искусственного дефекта, а также характером течения внутренних слоев заготовки при переходе в форкамеру. Данный эффект (непрерывный процесс отрыва металла от колеса) теоретически был описан в работе [10] и назван SSE (Surface Separation Effect) однако экспериментально доказан не был. Процесс отрыва металла от колеса проиллюстрирован на рис. 2.

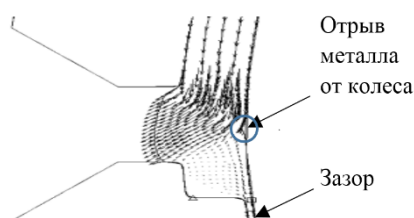


Рис. 2. Поле скоростей течения металла при отрыве от колеса

Таким образом в ходе промышленного эксперимента установлено, что причиной повышенного процента брака экструдированных медных шин является то, что окисленный слой металла с поверхности заготовки, а также поверхностные дефекты заготовки (при их наличии) проявляются в виде расслоений и пузырей на поверхности готовой шины. Глубина залегания пузырей, полученная в ходе эксперимента, соответствует промышленным данным, собранным при прессовании медных шин на ОАО «КУЗОЦМ».

## ВЫВОДЫ

Экспериментально была подтверждена гипотеза, которая исключает преимущественное влияние температуры, скорости и величины зазора на возникновение пузырей и расслоений. Дефекты типа «пузыри» и «расслоения» являются следствием фактора формы очага деформации и наличия окисленного слоя металла в желобе колеса и не зависят (преимущественно) от величины облойного зазора. Однозначно можно считать, что доступной регулировкой параметров прессования невозможно достигнуть устранения брака шин, необходимы дополнительные технические решения в области модернизации инструмента прессования.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Основы проектирования процессов непрерывного прессования металлов: монография / Ю. В. Горохов [и др.] Красноярск : Сиб. федер. ун-т, 2013. 268 с.
2. DEFORM-3D modeling in continuous extrusion of copper busbars for installation conform with the pre-chamber matrix / Y. V. Gorohov [et al.] // J. Sib. Fed. Univ. Eng. technol. 2016, V. 9(6), P. 821-829.
3. Оптимизация размеров исходной заготовки для непрерывного прессования / В. М. Сергеев [и др.] // Металлы. 1993. № 1. С. 98–102.
4. Katajarinne T. Numerical simulation of flash formation in continuous rotary extrusion of copper / T. Katajarinne, T. Manninen, P. Ramsay // Journal of Materials Processing Technology. 2006. Vol. 177. P. 604–607.
5. Virtual design and fabrication of a continuous extrusion setup with process analysis / K. S. Devendra [et al.] // International Journal of Engineering Research & Technology. 2012. Vol. 1. № 8. P. 1–8.
6. Tatsuya T. Precise extrusion technology by conform process for irregular sectional copper / T. Tatsuya, O. Kazuhiko, T. Saburou // Hitachi Cable Review. 2002. Vol. 21. P. 77–82.
7. Effect of die shape on H62 brass forming for continuous extrusion based on numerical simulation research / Li Bing [et al.] // The 11th International Conference on Numerical Methods in Industrial Forming Processes. AIP Conf. Proc. 2013. Vol. 1532. P. 918–923.
8. Continuous extrusion and rolling forming velocity of copper strip / Y. Xin-bing [et al.] // Trans. Nonferrous Met. Soc. China. 2013. Vol. 23. P. 1108–1113.
9. Ожгихин И. В. Совершенствование технологического процесса непрерывного литья заготовок из кислородсодержащей меди с целью повышения качества катанки: дис. ... канд. техн. наук / И. В. Ожгихин. Екатеринбург : Урал. федер. ун-т, 2015. 143 с.
10. Cho J. R. CONFORM process: surface separation, curling and process characteristics to the wheel diameter / J. R. Cho, H. S. Jeong // Journal of Materials Processing Technology. 2003. Vol. 136. P. 217–226.

***В. В. Березовская, Н. Н. Озерец\*, Д. С. Асанова, И. Ю. Романов***

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

\* *ozerets@mail.ru*

## МОДИФИЦИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ КОРРОЗИОННО-СТОЙКИХ СТАЛЕЙ ПУТЕМ ИОННОГО АЗОТИРОВАНИЯ

Исследовали четыре марки аустенитных коррозионно-стойких сталей 02X16H10M2, 08X15AG10D2, 06X15AG9NM2 и 09X15AG9ND2 после холодной пластической деформации и закалки от 1050 °С в воде и последующей имплантации ионами N<sup>+</sup> с разной дозой облучения. Путем имплантации ионов N<sup>+</sup> с высокой дозой облучения на 50–60 % повысилась твердость исследованных сталей. Повышение прочности до 20 % получено в стали с исходно низким содержанием азота 02X16H10M2.

*Ключевые слова:* аустенит, имплантация азота, твердость, коррозионная стойкость.

***V. V. Berezovskaya, N. N. Ozerets, D. S. Asanova, I. Yu. Romanov***

## MODIFICATION OF THE STRUCTURE OF CORROSION-RESISTANT STEEL BY ION NITRIDING

Four marks of austenitic corrosion-resistant steels 02H16N10M2, 08H15AG10D2, 06X15AG9NM2 and 09X15AG9ND2 after cold plastic deformation and quenching from 1050 °C in water and subsequent implantation with N<sup>+</sup> ions with different radiation dose were investigated. By implanting N<sup>+</sup> ions with a high irradiation dose by 50–60 %, the hardness of the investigated steels has increased. The increase in strength up to 20 % is obtained in steel with an initially low nitrogen content of 02H16N10M2.

*Keywords:* austenite, nitrogen implantation, hardness, corrosion resistance.

По сравнению с традиционными методами химико-термической обработки ионная имплантация позволяет в десятки раз сократить время и резко понизить температуру обработки. К возможным механизмам модификации свойств поверхности можно отнести упрочнение за счет образования твердых растворов, дисперсных примесей атомов, комплексов, избыточных фаз, а также радиационных дефектов, уменьшения размера зерен матричной фазы [1–4].

Цель работы – исследовать структуру и свойства 4 марок аустенитных коррозионно-стойких сталей разного состава после бомбардировки ионами азота  $N^+$ .

Образцы для исследования были вырезаны из тонкого (1 мм) листа 4 марок сталей 02X16H10M2, 08X15AG10D2, 06X15AG9HM2, 09X15HAG9D2, полученного при холодной прокатке с последующей закалкой от 1050 °С. По результатам рентгеноструктурного исследования структура стали до облучения в пределах точности метода состояла только из аустенита (рис. 1) и образцы не намагнитились при проверке намагничивания. Для решения поставленной цели была использована установка ионной имплантации по двустороннему облучению образцов пучком газовых ионов с энергией до 40 кэВ. Доза облучения в режиме 1 составила  $4,2 \cdot 10^{15}$  ион/см<sup>2</sup>, в режиме 2 –  $4,2 \cdot 10^{17}$  ион/см<sup>2</sup>. Концентрация внедренного азота, рассчитанная в Институте электрофизики УрО РАН, в первом случае составила 0,024, а во втором – 0,027 масс. %. После облучения образцы подвергали рекристаллизационному отжигу при 300 °С в течение 1 ч. Механические испытания образцов на одноосное растяжение проводили, согласно ГОСТ 11701–84 с использованием машины Tinius Olsen H50KS. Микроструктуру стали исследовали на металлографическом инвертированном цифровом комплексе Zeiss с использованием программы анализа изображения SIAMS 700. Твердость определяли на приборе Виккерса при нагрузке 0,049 кН.

Микроструктура (рис. 1) сталей 02X16H10M2 и 08X15AG10D2 представляла собой мелкозернистый двойникованный аустенит. Размер зерна показан в табл. 1. В стали 06X15AG9HM2 также наблюдали аустенит с двойниками отжига, но с более крупным зерном. Аустенитная структура с ультрадисперсным зерном (4 мкм) наблюдалась в стали 09X15HAG9D2.

Таблица 1

Содержание азота и размер зерна аустенита в сталях после облучения

Марка стали	Расчетное содержание азота, масс.%			Размер зерна, мкм		
	Исходное состояние	После облучения		Исходное состояние	После облучения	
		Режим 1	Режим 2		Режим 1	Режим 2
02X16H10M2	0,037	0,062	0,137	29	19	19
08X15AG10D2	0,163	0,173	0,263	26	22	19
06X15AG9HM2	0,166	0,176	0,266	63	50	43
09X15HAG9D2	0,133	0,143	0,233	4	25	23

Результаты испытаний механических свойств исследуемых сталей до ионного азотирования приведены в табл. 2. Из таблицы видно, что самую низкую прочность и пластичность имеет сталь 02X16H10M2, в которой содержание азота значительно ниже, чем в остальных сталях. Наиболее

высокие свойства показали стали 08X15AG10D2 и 09X15HAG9D2, в которых, помимо азота, содержится медь. Причем, это согласуется с тем, что никель повышает растворимость меди в аустените. Поэтому в стали 08X15AG10D2 эффект деформационного старения при механических испытаниях выражен слабее, чем в стали 09X15HAG9D2, а, следовательно, прочность ниже.

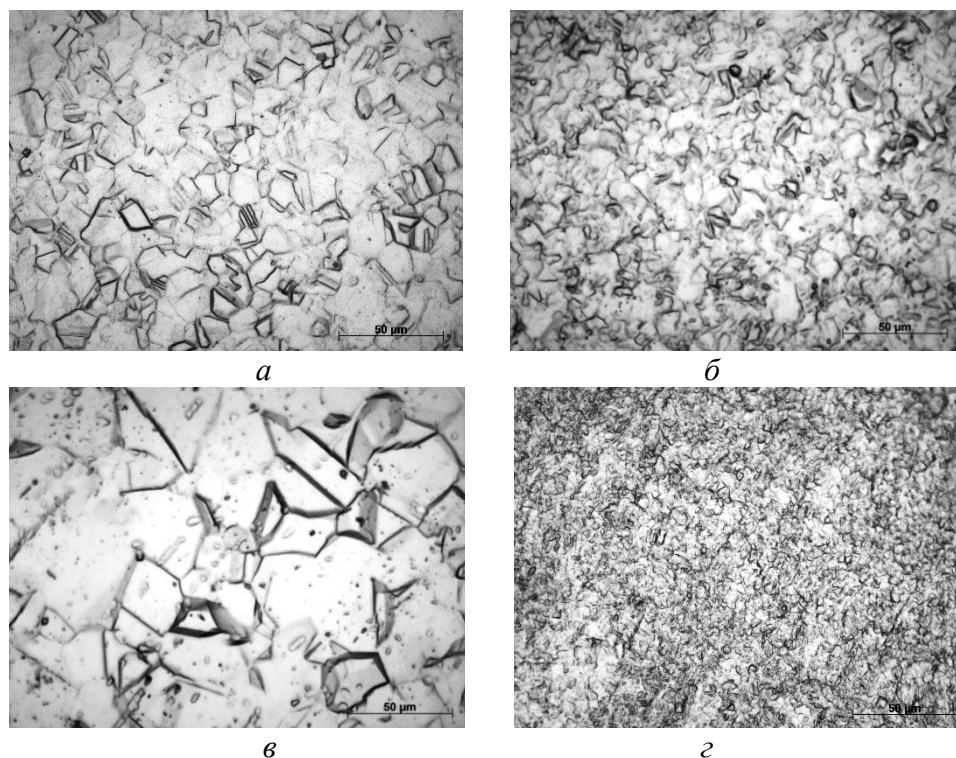


Рис. 1. Микроструктура сталей в исходном состоянии:  
а – сталь 2; б – 5; в – 6; г – 15

Микроструктура всех исследованных сталей после облучения по режиму 1 и рекристаллизации выявила измельчение зерна аустенита (табл. 3, рис. 2). Вблизи зоны разрушения образцов после механических испытаний и по границам зерен некоторых образцов наблюдался мартенсит деформации, образовавшийся вдоль полос скольжения.

Значительное модифицирование структуры наблюдалось после бомбардировки ионами азота по режиму 2 (рис. 3). Параллельно с увеличением содержания азота в сталях наблюдалось уменьшение размера зерна, наиболее существенное после режима 1 (табл. 1), что связано с рекристаллизацией. Поскольку после облучения образцы подвергались отжигу при 300 °С и с учетом значительного повышения концентрации дефектности структуры в процессе облучения, измельчение зерна связано с фрагментацией зерен и разориентировкой фрагментов в результате увеличения плотности дислокаций.

Таблица 2

## Механические свойства сталей

Марка стали	Режим облучения	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\sigma_B$ , МПа	$\delta$ , %	$\varphi$ , %
02X16H10M2	—	220	580	31	40
	1	280	650	21	30
	2	280	640	37	42
08X15AG10D2	—	520	1050	39	40
	1	450	840	22	23
	2	470	1130	46	25
06X15AG9HM2	—	370	870	43	42
	1	330	730	27	27
	2	360	930	49	41
09X15NAG9D2	—	510	970	37	40
	1	490	880	23	24
	2	460	980	48	41

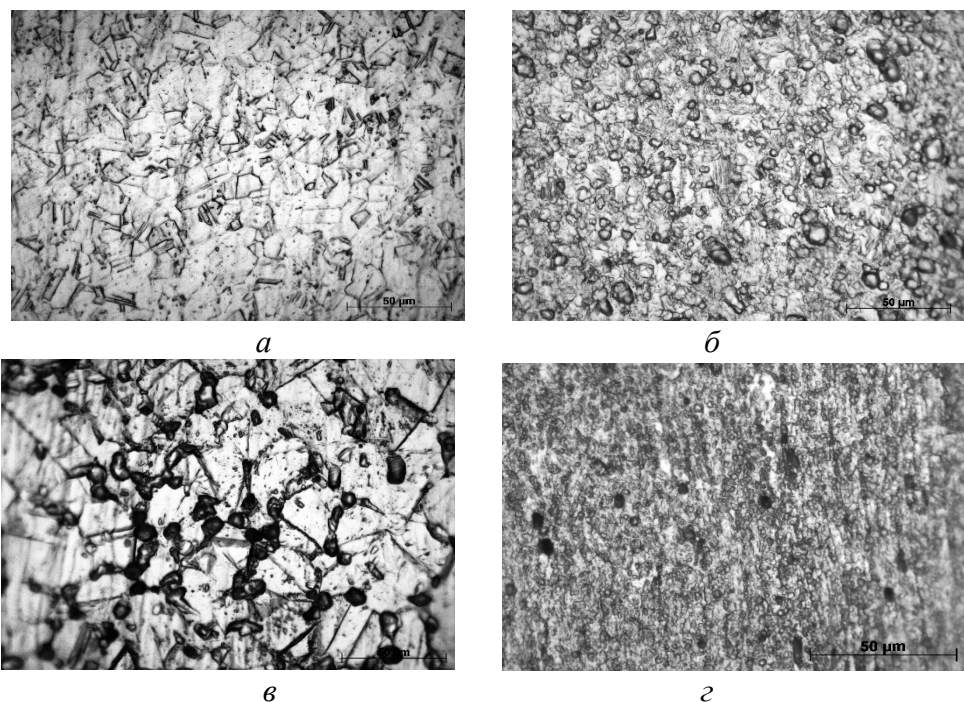


Рис. 2. Микроструктура сталей после облучения по режиму 1:  
*а* – сталь 2; *б* – 5; *в* – 6; *г* – 15

Во всех образцах после облучения наблюдалось увеличение прочности без существенного изменения пластичности, а также твердости, что связано с увеличением плотности дефектов и появлением мартенсита деформации (табл. 2).

Выводы:

1. В стали 02X16H10M2 с низким содержанием азота (0,037 масс. %) получено повышение предела прочности на 10–20 % и твердости на 60 % путем имплантации ионов  $N^+$  в решетку  $\gamma$ -твердого раствора по режиму 1, в основном за счет измельчения зерна и повышения концентрации азота.

2. В сталях с исходно более высоким содержанием азота 08X15AG10D2, 06X15AG9NM2, 09X15NAG9D2 облучение по 2 режиму эффективно для повышения твердости на 50–60 %, вызывая распад пересыщенного  $\gamma$ -твердого раствора с образованием избыточных фаз и мартенсита.

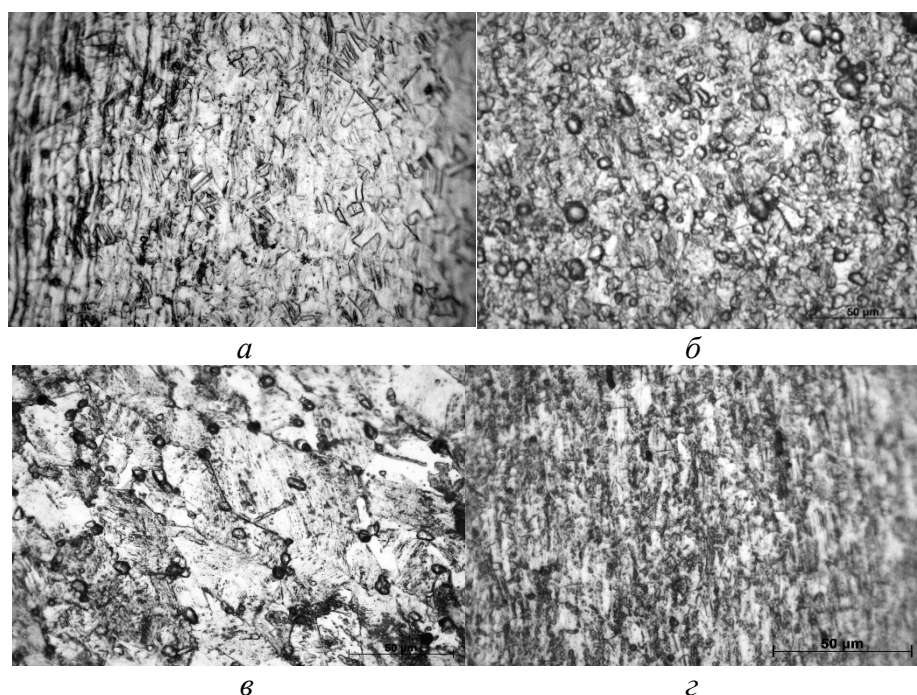


Рис. 3. Микроструктура сталей после облучения по режиму 2:  
*а* – сталь 02X16H10M2; *б* – 08X15AG10D2; *в* – 06X15AG9NM2; *з* – 09X15NAG9D2

## ЛИТЕРАТУРА

1. Калинин Б. А. Радиационно-пучковые технологии обработки конструкционных материалов / Б. А. Калинин // Физика и химия обработки материалов. 2001. № 4. С. 5–16.
2. Гончаров В. В. Микротвердость поверхности нержавеющей стали, модифицированной ионной имплантацией / В. В. Гончаров // Проблемы машиностроения. 2013. Т. 16, № 6. С. 47–51.
3. Будзински П. Изменение свойств поверхности нержавеющей стали марки AISI316L, имплантированной азотом / П. Будзински, К. Полянски, А. П. Кобзев // Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. 2008. № 8. С. 80–85.
4. Повышение износостойкости стали 30XГСН2А имплантацией ионов азота и ионов металла / А. А. Ярных [и др.] // Материаловедение. 2014. № 11. С. 30–34.



## СЕКЦИЯ 2. ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ В МЕТАЛЛАХ И СПЛАВАХ ПРИ ДЕФОРМАЦИОННОМ И ТЕРМИЧЕСКОМ ВОЗДЕЙСТВИИ

УДК 669.255

**Ю. Н. Оленева<sup>\*</sup>, О. А. Оленева, С. Л. Демаков**

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

<sup>\*</sup>*olenevajull@gmail.com*

### ИЗУЧЕНИЕ ИЗМЕНЕНИЯ ПЕРИОДОВ РЕШЕТКИ ТИТАНОВОГО МАРТЕНСИТА ПРИ НАГРЕВЕ

В статье представлены результаты исследования титановых образцов сплава ВТ8, ВТ14 и модельного сплава Ti–4,8Al–0,9Mo–2,3V–0,35Cr–0,2Fe (23/2), и Ti–8Mo методом рентгеноструктурного и терморентгеновского фазового анализа определена взаимосвязь между ромбичностью решетки, анизотропией термического расширения и молибденового эквивалента.

*Ключевые слова:* титан, титановый сплав, мартенсит, ТКЛР, РСФА.

**Y. N. Oleneva, O. A. Oleneva, S. L. Demakov**

### THE RESEARCH OF CHANGED LATTICE PERIODS OF THE TITANIUM MARTENSITE ON HEATING

By the methods of the X-ray and thermal XRD phase analyses and transmission electronic microscope the phase structure of a titanium alloy VT8, VT14, model alloy Ti–4,8Al–0,9Mo–2,3V–0,35Cr–0,2Fe (23/2) and Ti–8Mo was studied. Communication between of the martensite crystal lattice and coefficient of thermal expansion (CTE), and molybdenum equivalent.

*Keywords:* titan, titanium alloy, martensite, CTE, XRDA.

Последнии годы вызывают повышенный интерес титановые сплавы, обладающие структурой мартенсита. Для них открываются новые области применения, связанные с эффектом памяти формы. Этот эффект связан с термическим поведением решетки мартенсита в циклах нагрева и охлаждения.

В данном исследовании поставлены задачи получить различные виды мартенсита, отличающиеся ромбичностью решетки, и проверить наличие взаимосвязи между ромбичностью решетки и анизотропией термического расширения как объемного, так и по отдельным осям орторомбической и гексагональной решеток и молибденового эквивалента.

Материалами исследования были выбраны образцы сплава ВТ8, ВТ14 и модельного сплава Ti–4,8Al–0,9Mo–2,3V–0,35Cr–0,2Fe (23/2) и Ti–8Mo, химический состав представлени в табл. 1.

Таблица 1

Химический состав (масс. %) [1], алюминиевый и молибденовый эквивалент титановых сплавов [2]

Сплав	Ti	Al	Mo	Fe	C	O	Zr	Cr	V	[Al] экв., вес %	[Mo] экв., вес %
Ti–8Mo	осн.	0,2	7,3	0,1	0,01	0,16	–	–	–	2,1	7,6
ВТ14		5,8	3,3	0,11	0,1	0,15	0,3	–	1,8	7,6	4,8
23/2		4,8	0,9	0,2	0,1	0,18	–	0,35	2,3	7,8	3,5
ВТ8		6,1	3,2	0,14	0,1	0,16	0,5	–	–	9,2	3,5

Для получения различного типа мартенсита исследуемые образцы были подвергнуты нагреву до температуры 1050 °С, затем закалке в воду. В рентгеновской термокамере образцы нагревались ступенчато на температуру 350 °С – сплавы ВТ8 и 23\2; на температуру 390 °С – Ti–8Mo и на 300 °С – ВТ14. На рис. 1 представлена термообработка образцов.

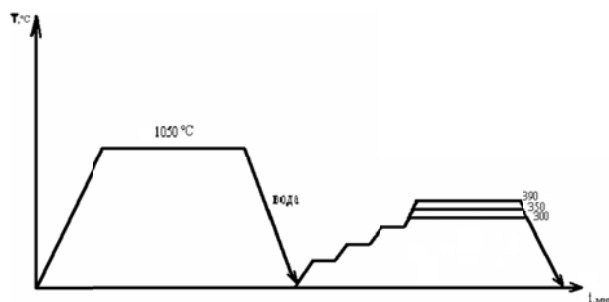


Рис. 1. Схема термической обработки образцов

Рентгеновский и терморентгеновский анализ проводился на установке BRUCKER Advance D8 со встроенной электропечью на вертикальном  $\theta$ – $\theta$  – гониометре в угловом диапазоне  $2\theta = 34...88$  °С в  $\text{Cu K}_\alpha$  – излучении и в угловом диапазоне  $2\theta = 35...100$  °С в  $\text{Co K}_\alpha$  – излучении. Терморентгеновский анализ проводился с нагревом до 350 °С, съемка осуществлялась на нагрев с шагом 20 °С.

На рис. 2 для наглядности приведены данные РСФА всех сплавов. При относительно низком молибденовом эквиваленте на дифрактограмме присутствуют только линии соответствующие решетке ГПУ (сплав 23/2). При увеличении эквивалента можно наблюдать некое раздвоение линий, что характерно для орторомбической решетки мартенсита титана. Линия

100 разделяется на две линии  $\alpha''$  – мартенсита (110 и 020), линия 101,  $\alpha'$  – мартенсита – 111 и 021, а линия 102 – 112 и 022. Данное удаление линий друг от друга характерно в случае увеличения ромбичности решетки мартенсита [3]. Сплав VT8 несколько выделяется, явного раздвоения нет, но есть не симметричность линий, что хорошо видно на линии 100 и 101.

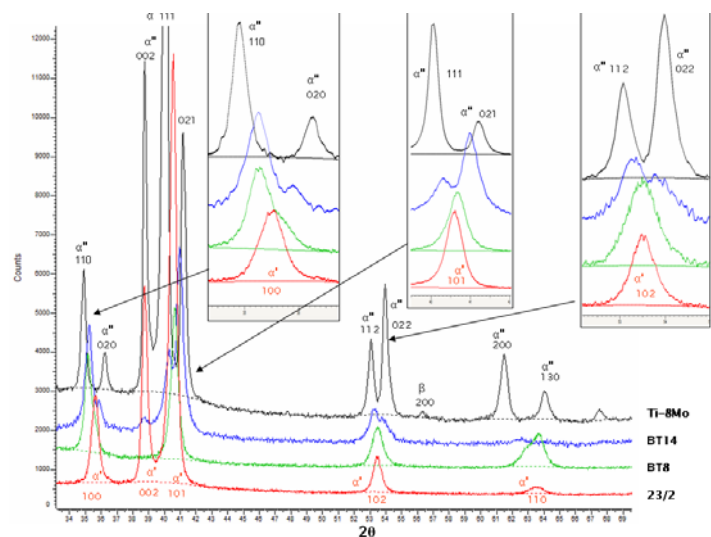


Рис. 2. Дифрактограмма образцов

В ходе исследования было получено 4 разновидности решетки мартенсита: с относительно высокой ромбичностью (Ti–8Mo), орторомбический мартенсит с низкой ромбичностью (BT14), орторомбический мартенсит с ромбичностью близкой к нулевой (BT8), ГПУ-мартенсит с нулевой ромбичностью (модельного сплава 23/2).

Изучение изменения периодов решетки мартенсита при нагреве.

Дифрактограмма, полученная в камере нагрева, приведены на рис. 3. На рисунке присутствуют линии отвечающие орторомбическим решеткам титанового  $\alpha''$  мартенсита.

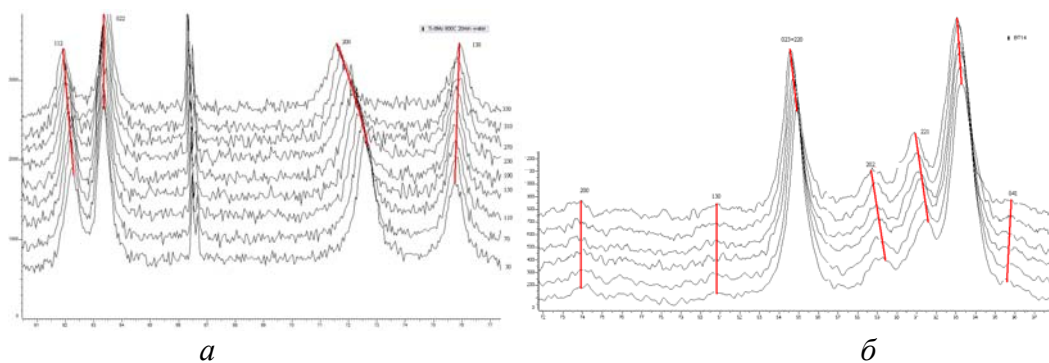


Рис. 3. Участки дифрактограмм сплава *а* – Ti–8Mo, *б* – BT14

Нагрев образцов приводит к изменению положений линий на дифрактограмме [2]. В следствие термического расширения, периоды решетки увеличиваются, что приводит к смещению линии в сторону меньших углов  $2\theta$ . В данном случае, подобное смещение демонстрируют смещение артефактных линий (рис. 3, *a*). Линии, соответствующие решеткам 112 и 200, также смещаются в сторону меньших углов, но при этом линия 200 смещается сильнее, чем 112. Линии 132 и 130, наоборот, показывают смещения в сторону больших углов, что является не характерно для поведения большинства решеток при нагреве и свидетельствует о том, что по крайней мере один из периодов решетки уменьшается при нагреве [4].

На дифрактограмма сплава 23/2 (рис. 4, *a*), мартенсит которого имел гексагональную решетки, наблюдается процесс термического расширения характерного для гексагональной решетки  $\alpha'$  – мартенсита. Нагрев образца привел к плавному смещению линий 102 и 110 в сторону меньших углов  $2\theta$ .

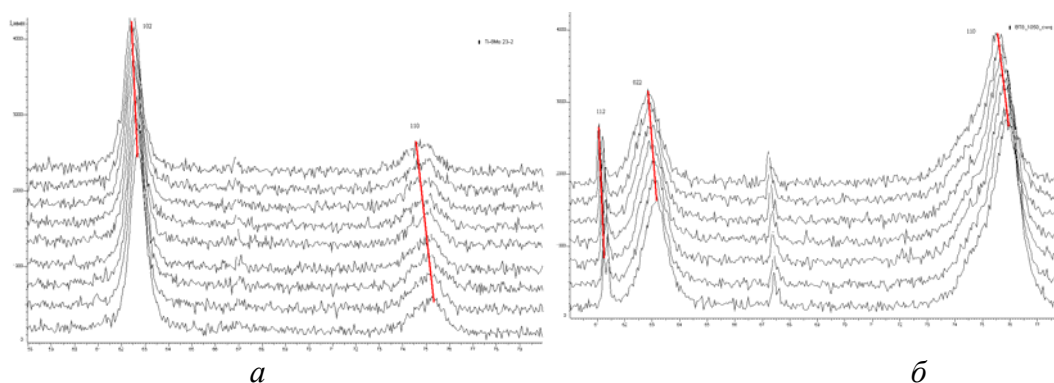


Рис. 4. Участки дифрактограмм сплава *a* – 23/2, *б* – BT8

Сплав BT8 выделяется среди исследуемых сплавов, так как в нем решетка мартенсита не является строго определенной. КТР были рассчитаны как для ГПУ решетки мартенсита. Отметим, что профили линии 110 при  $T_{ком}$  до нагрева и при  $T_{max}$ , заметно отличаются, становятся шире, и сохраняют несимметричность в ходе нагрева. То есть поведение в целом ближе к поведению модельного сплава 23/2, но более детальный анализ дифрактограмм показывает изменение конфигурации линии 110, за счет ее уширения при нагреве, и, обратного сжатия при охлаждении. Линия 110,  $\alpha'$ -мартенсит, ведет себя как будто 2 линии 200 и 130,  $\alpha''$ -мартенсита, на некотором расстоянии друг от друга. Провести корректное разделение линий не удалось, для этого требуется более тонкий эксперимент. Структура мартенсита обладает некоторой ромбичностью. но в целом данное такое

расширение линий скорее характерно для орторомбической, чем для гексогональной решетки мартенсита[4].

Средний коэффициент термического расширения приведены в таблице 3, значения сплава ВТ8 по осям решетки несколько выделяется из ряда исследованных сплавов.

Таблица 2

Термические расширения образцов

Сплав	$\alpha_{та}, 10^{-6}, K^{-1}$	$\alpha_{тб}, 10^{-6}, K^{-1}$	$\alpha_{тс}, 10^{-6}, K^{-1}$	$\alpha_t, 10^{-6}, K^{-1}$	[Al] экв., вес %	[Mo] экв., вес %
Ti-8Mo	40	-19	6	8	2,1	7,6
BT14	23	-5	9	9	7,6	4,8
23/2	16	—	7	13	7,8	3,5
BT8	10	—	11	10,3	9,2	3,5

При оценке влияния молибденового эквивалента на изменения решетки при нагреве, можно заметить, что при равном значении молибденового эквивалента, некоторое влияние играет и алюминиевый эквивалент на анизотропию термического расширения.

Таким образом можно сделать выводы:

1. Установлено, что при закалке сплавов Ti-8Mo и BT14 образуется орторомбический мартенсит ( $R = 1,048$  и  $R = 1,038$  соответственно), в сплаве 23/2 – гексагональный мартенсит ( $R = 1$ ), в сплаве BT8 образуется мартенсит обладающий характерными признаками как для орторомбического, так и гексагонального решетки ( $R \approx 1$ ).

2. Установлено, что термическое расширение мартенсита обладает ярко выраженной анизотропией по направлениям кристаллической решетки. Коэффициент расширения по оси  $a$  превышает коэффициент по осям  $b$  и  $c$ . Коэффициент термического расширения по оси  $b$  в сплавах Ti-8Mo и BT14 показал отрицательные значения. Анизотропия термического расширения снижается при уменьшения молибденового эквивалента сплава.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Ильин А. А. Титановые сплавы. Состав, структура, свойства: справочник / А. А. Ильин, Б. А. Колачев. Москва : ВИСЛС – МАТИ, 2009. 520 с.
2. Колачев Б. А. Материаловедение и термическая обработка цветных металлов и сплавов / Б. А. Колачев, В. Ф. Ливанов, В. А. Елагин. Москва : МИСИС, 2001. 416 с.
3. Илларионов А. Г. Технологические и эксплуатационные свойства титановых сплавов / А. Г. Илларионов, А. А. Попов. Екатеринбург : Урал, 2014. 137 с.
4. Мальцев М. В. Металлография промышленных цветных металлов и сплавов / М. В. Мальцев. Москва : Металлургия, 1970. 368 с.

***А. О. Слукина, К. И. Луговая\*, М. А. Жиликова, Р. И. Петров,  
И. В. Нарыгина***

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

*\*k.i.lugovaya@urfu.ru,*

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук *А. А. Попов*

## **ИЗУЧЕНИЕ ВЛИЯНИЯ РЕЖИМОВ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА МЕХАНИЗМЫ ОБРАЗОВАНИЯ ФАЗЫ $Ti_3Al$**

В работе исследовано влияние режимов термической обработки на процессы образования упорядоченной фазы  $Ti_3Al$  ( $\alpha_2$ -фазы) в сплаве системы Ti–Al. Установлено, что в сплаве Ti–17Al происходит образование дисперсных частиц  $\alpha_2$ -фазы по механизму зарождения и роста.

*Ключевые слова:* титановые сплавы, упорядочения, интерметаллиды.

***A. O. Slukina, K. I. Lugovaya, M. A. Zhilyakova, R. I. Petrov, I. V. Narygina***

## **STUDY OF THE INFLUENCE OF HEAT TREATMENT ON THE MECHANISMS OF FORMATION OF THE PHASE $Ti_3Al$**

The work investigated the influence of heat treatment on the formation of ordered phase  $Ti_3Al$  ( $\alpha_2$ -phase) in the alloy Ti–Al system. Established that in the alloy Ti–17Al the formation of dispersed particles of  $\alpha_2$ -phase is caused by the mechanism of nucleation and growth.

*Keywords:* titanium alloys, ordering, intermetallics.

Согласно литературе, выделение в титановом сплаве упорядоченной  $\alpha_2$ -фазы приводит к упрочнению сплава и изменению механических свойств [1, 2]. Причиной этого может являться выделение вторых фаз. Материалом исследования служил двухфазный ( $\alpha + \alpha_2$ ) сплав Ti–17Al в литом состоянии.

Согласно предыдущему исследованию [3] проведение термической обработки с нагревом на 1200 °С и последующим охлаждением на воздухе для сплава Ti–17ат.%Al способствует получению однородной структуры, в которой наблюдаются дислокационные сетки и дислокационные границы. Старение данного сплава при температурах 500 и 700 °С приводит к выделению дисперсных частиц фазы  $Ti_3Al$  ( $\alpha_2$ -фазы), количество и размер которых растет с повышением температуры старения. Для дальнейшего изучения механизмов образования  $\alpha_2$ -фазы была проведена

термообработка с нагревом в однофазную  $\alpha$ -область на 950 °С и последующим переохлаждением при температурах 400, 500, 600 °С.

В структуре образца после переохлаждения при 400 °С в течении 10 часов помимо дисперсных частиц присутствуют парные дислокации, которые могут свидетельствовать о прохождении упорядочения (рис., а, б). Последующие повышение температуры до 500 °С при длительных выдержках приводит к формированию полигональных сеток, кроме того сохраняются парные дислокации и дисперсные частицы (рис., в, г). По сравнению с образцом после 400 °С в микроструктуре данного образца происходит увеличение размеров дисперсных частиц и их объемной доли. Дальнейший анализ показал, что увеличение температуры переохлаждения до 600 °С существенно не меняет микроструктуру образца, а лишь приводит к дальнейшему увеличению размера и объемной доли дисперсных частиц  $\alpha_2$ -фазы (рис., д, е).

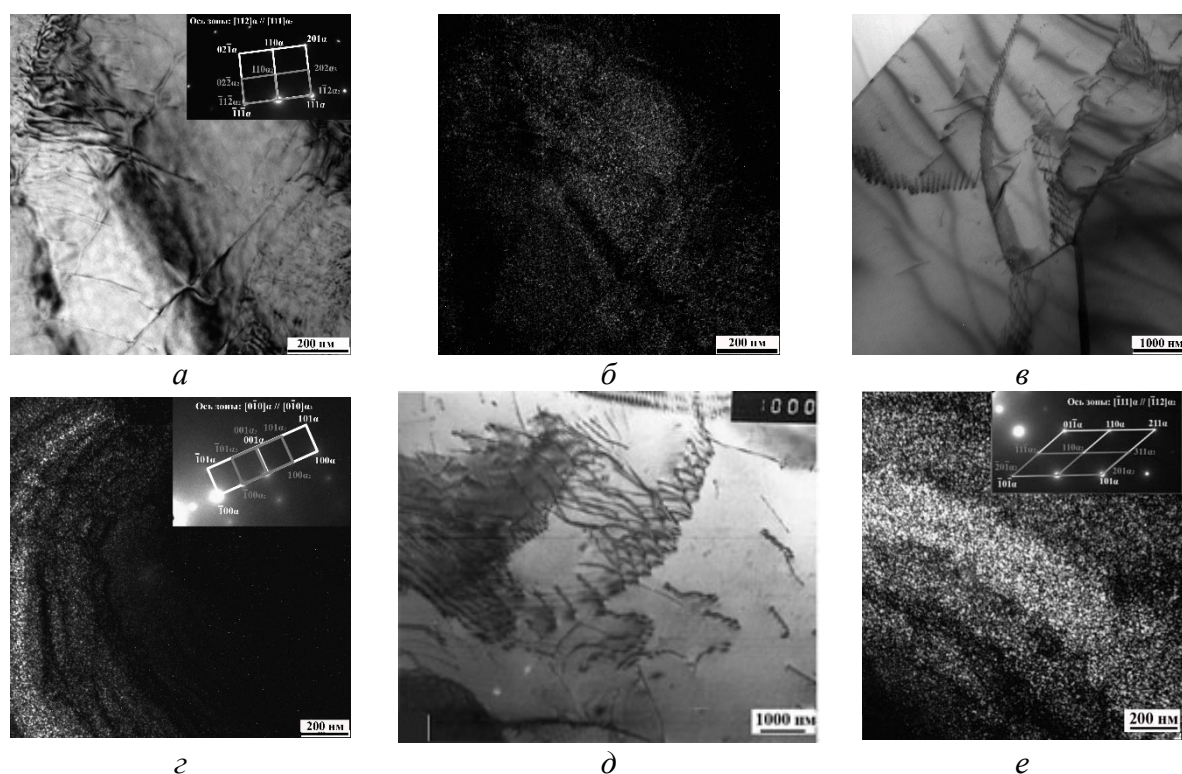


Рис. Микроструктура сплава Ti-17 ат.% Al после нагрева на 950 °С и последующей изотермической выдержки при 400 (а, б), 500 (в, г) и 600 °С (д, е) в течение 10 часов: а, в, д – светлопольные изображения; б – темнопольное изображение с «а» в свете рефлекса  $110\alpha_2$ ; г – темнопольное изображение в свете рефлекса  $100\alpha_2$ ; е – темнопольное изображение в свете рефлекса  $\bar{1}11\alpha_2$

Никаких признаков появления антифазных границ после рассмотренных обработок не наблюдали. Следовательно, образование частиц  $\alpha_2$ -фазы в процессе старения или изотермической выдержки происходит как фазовое превращение зарождения и роста

*Работа выполнена при поддержке гранта Президента Российской Федерации МК-7923.2016.8*

ЛИТЕРАТУРА:

1. The role of intermetallic precipitates in Ti-62222S / D. J. Evans [et al.] // Materials Science and Engineering: A. 1996. Vol. 213 (1–2). P. 37–44.
2. Effect of nanoscale  $\alpha_2$  precipitation on strain localisation in a two-phase Ti–Alloy / D. Lunt [et al.] // Acta Materialia. 2017. Vol. 129. P. 72–82.
3. Popova M. A. Precipitation of  $\alpha_2$ -Phase in Titanium-Aluminum Alloys / M. A. Popova, N. G. Rossina, K. I. Petrova // Metal Science and Heat Treatment. 2015. Vol. 57. I. 7–8. P. 469–472.



УДК 669.15-194.3

**А. А. Куikliна<sup>\*</sup>, Ю. В. Юдин, А. С. Юровских, М. В. Майсурадзе**

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

<sup>\*</sup>*kuklina.aleksandra@rambler.ru*

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук Ю. В. Юдин

## РЕНТГЕНОСТРУКТУРНЫЙ АНАЛИЗ ОСТАТОЧНОГО АУСТЕНИТА СТАЛЕЙ 25Г2С2Н2МА И 50ХМФА С БЕЙНИТНОЙ СТРУКТУРОЙ

Исследованы промышленные стали 25Г2С2Н2МА и 50ХМФА после обработки в изотермических условиях в бейнитной области, методом рентгеноструктурного анализа определен параметр решетки остаточного аустенита и его количество. Установлено, что в стали 25Г2С2Н2МА после изотермической выдержки более 300 секунд при 400 °С процесс карбидообразования существенно уменьшает параметр решетки аустенита. Для исследуемых сталей выявлена линейная зависимость концентрации углерода в остаточном аустените от доли бейнитного превращения.

*Ключевые слова:* сталь, 25Г2С2Н2МА, 50ХМФА, параметр решетки аустенита, концентрация углерода, бейнитное превращение.

***A. A. Kuklina, Y. V. Yudin, A. S. Yurovsky, M. V. Maysuradze***

## X-RAY ANALYSIS OF RESIDUAL AUSTENITE IN STEELS 25G2S2N2MA AND 50KHMFA WITH BAINITE MICROSTRUCTURE

The lattice parameter and the amount of residual austenite in the industrial steels 25G2S2N2MA and 50KhMFA after isothermal treatment in the bainite region are determined by the X-Ray diffraction. The carbide formation process is observed in the steel 25G2S2N2MA during the isothermal aging at 400 °C for 300 sec. For the studied steels a linear dependence of the carbon concentration in the residual austenite on the bainite fraction is obtained.

*Keywords:* steel, 25G2S2N2MA, 50KhMFA, austenite lattice parameter, carbon concentration, bainite transformation.

Исследованы промышленные стали 25Г2С2Н2МА и 50ХМФА, методом рентгеноструктурного анализа, с помощью которого определен параметр решетки и количество остаточного аустенита, химический состав сталей представлен в табл. 1.

Таблица 1

## Химический состав сталей 25Г2С2Н2МА и 50ХМФА

Сталь	C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	Cu	Al	P	S	V
25Г2С2Н2МА	0,24	1,42	1,35	0,31	1,71	0,4	0,16	0,028	0,008	0,004	–
50ХМФА	0,5	0,25	0,8	1,0	0,45	0,9	–	–	0,010	0,015	0,12

Образцы стали 25Г2С2Н2МА и 50ХМФА аустенитизировали 45 мин при температуре 925 °С. Далее образцы выдерживали в течение 120...1500 с. в изотермических условиях при 400, 360 °С.

Параметр решетки аустенита от времени изотермической выдержки при температуре 400 °С стали 25Г2С2Н2МА меняется от 3,6072 Å до 3,6089 Å в интервале времени 120...315 с, при времени выдержки 470 с параметр решетки уменьшается до 3,6058 Å, что связано, вероятно, с выделением карбидов (рис. 1) [1]. Для стали 50ХМФА параметр решетки аустенита от времени изотермической выдержки при температуре 360 °С изменяется существенно меньше, в пределах 3,598...3,609 Å (рис. 2).

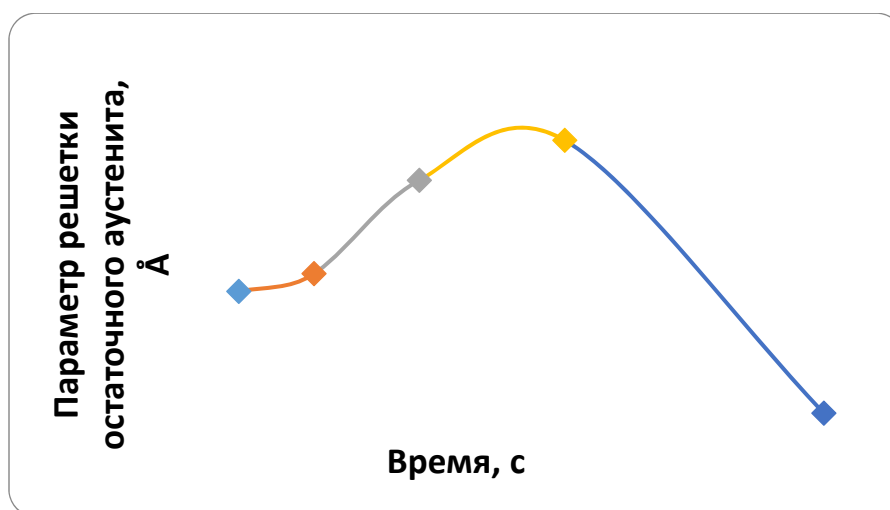


Рис. 1. Изменение параметра решетки остаточного аустенита от времени изотермической выдержки при температуре 400 °С, сталь 25Г2С2Н2МА

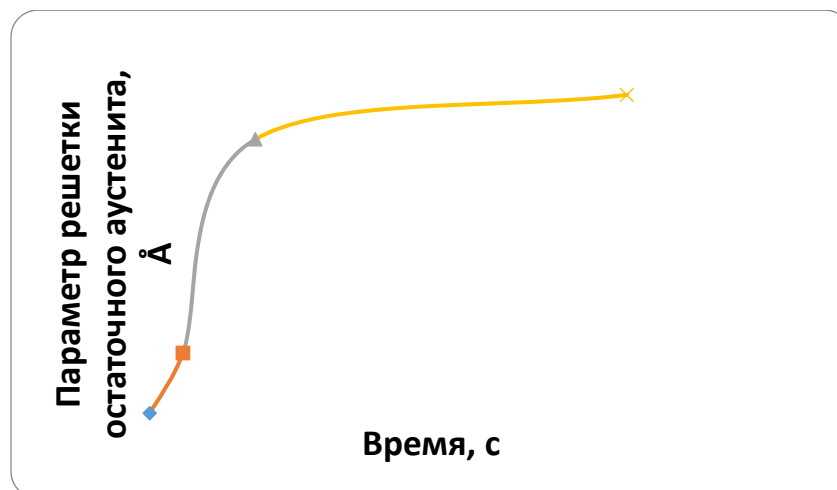


Рис. 2. Изменение параметра решетки остаточного аустенита от времени изотермической выдержки при температуре 360 °С, сталь 50ХМФА

Концентрация углерода в остаточном аустените рассчитана по уравнению [2]:

$$C_{\gamma} = (a_{\gamma} - 3,578) / 0,033 \quad (1)$$

где:  $a_{\gamma}$  – параметр решетки аустенита (Å);  $C_{\gamma}$  – концентрация углерода в остаточном аустените (масс. %).

Концентрация углерода в остаточном аустените стали 25Г2С2Н2МА изменяется с экстремумом, максимальная концентрация углерода достигается спустя 300 с после начала изотермической выдержки. При дальнейшей выдержке концентрация углерода в остаточном аустените существенно уменьшается вследствие карбидообразования (рис. 3).

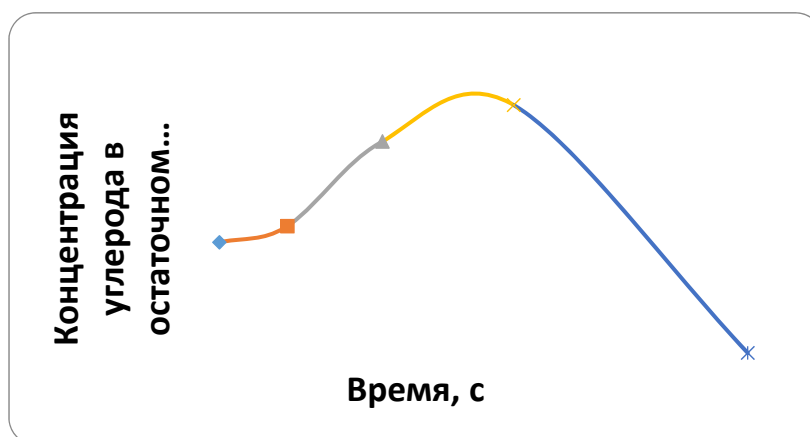


Рис. 3. Изменение концентрации углерода от времени изотермической выдержки, сталь 25Г2С2Н2МА

На рис. 4 показано изменение концентрации углерода от времени изотермической выдержки для стали 50ХМФА. В течение первых 500 секунд выдержки концентрация углерода резко возрастает с 0,60 до 0,92

масс %, при увеличении времени выдержки до 1500 секунд, концентрация углерода в остаточном аустените повышается до 0,97 масс %.

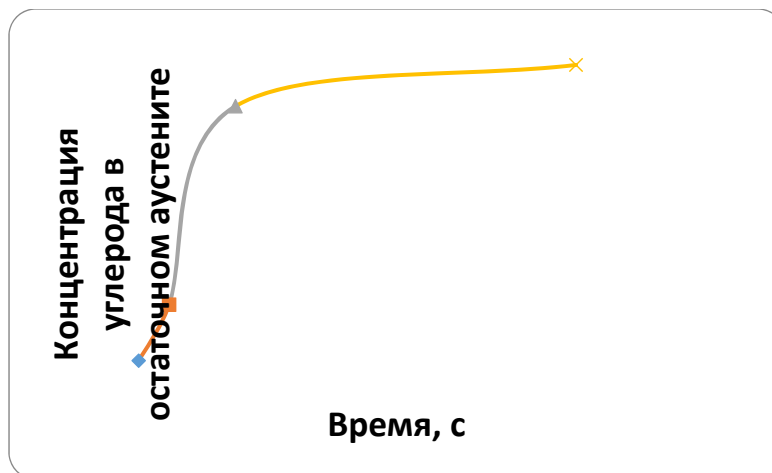


Рис. 4. Изменение концентрации углерода от времени изотермической выдержки, сталь 50ХМФА, температура изотермической выдержки 360 °С

Зависимость концентрации углерода в остаточном аустените от доли бейнитного превращения в изотермических условиях при 400 °С и 360 °С для сталей 25Г2С2Н2МА и 50ХМФА, соответственно, показана на рис. 5 и 6. Высокий коэффициент детерминации  $R^2$  (0,93...0,99) указывает на линейность полученных зависимостей. Положительная корреляция свидетельствует о ведущей роли перераспределения углерода в кинетике изотермического бейнитного превращения [1].

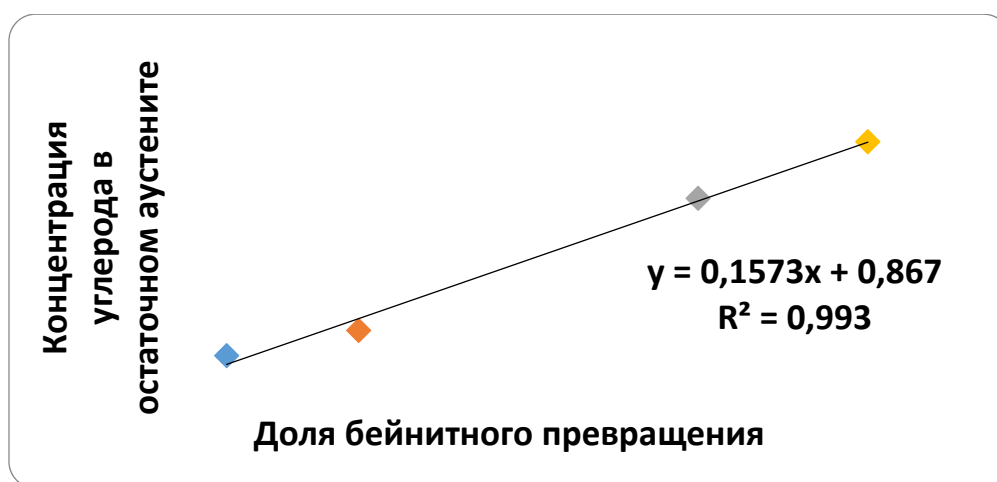


Рис. 5. Зависимость концентрации углерода в остаточном аустените от доли бейнитного превращения при изотермической выдержки 400 °С, сталь 25Г2С2Н2МА



Рис. 6. Зависимость концентрации углерода в остаточном аустените от доли бейнитного превращения при изотермической выдержке 360 °С, сталь 50ХМФА

Методом рентгеноструктурного анализа определен параметр кристаллической решетки и количество остаточного аустенита для сталей 25Г2С2Н2МА и 50ХМФА в процессе изотермического бейнитного превращения. Установлено, что в стали 25Г2С2Н2МА после изотермической выдержки при 400 °С более 300 секунд начинается процесс карбидообразования. Выявлена линейная зависимость концентрации углерода в остаточном аустените от доли бейнитного превращения при изотермической выдержке 400 °С и 360 °С для сталей 25Г2С2Н2МА и 50ХМФА, соответственно.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Курдюмов Г. В. Превращения в железе и стали / Г. В. Курдюмов, Л. М. Утевский. Москва : Энтин Наука, 1977. 236 с.
2. Grajcar A. Microstructural study on retained austenite in advanced high-strength multiphase 3Mn-1.5Al and 5Mn-1.5Al steels / A. Grajcar, W. Kwaśny // Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering. 2012. Vol. 54. № 2. P. 168–177.

**А. А. Куikliна<sup>\*</sup>, Ю. В. Юдин, А. Ю. Ишенькина, М. В. Майсурадзе**

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

<sup>\*</sup>*kuklina.aleksandra@rambler.ru*,

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук Ю. В. Юдин

## КИНЕТИКА ОБРАЗОВАНИЯ БЕЙНИТА В СТАЛИ 25Г2С2Н2МА В ИЗОТЕРМИЧЕСКИХ УСЛОВИЯХ

Кинетика образования бейнита в стали 25Г2С2Н2МА в изотермических условиях исследована металлографическим, dilatометрическим и дюрOMETрическим методами. Проведено аналитическое описание изотермического бейнитного превращения с помощью уравнения КДМА и логистической функции. Установлено, что описание кинетики бейнитного превращения уравнением КДМА дает в температурном интервале 350...400 °С существенно худшее приближение к экспериментальной кинетике по сравнению с логистической функцией для использованных методов исследования.

*Ключевые слова:* сталь, бейнитное превращение, металлография, dilatометрия, дюрOMETрия, КДМА, логистическая функция, 25Г2С2Н2МА.

***A. A. Kuklina, Yu. V. Yudin, A. Y. Ishenkina, M. V. Maisuradze***

## KINETICS OF BAINITE TRANSFORMATION IN STEEL 25G2S2N2MA UNDER ISOTHERMAL CONDITIONS

The kinetics of the bainite transformation in 25G2S2N2MA steel is investigated by metallographic, dilatometric and durometric analysis under isothermal conditions. Two analytical equations (Kolmogorov – Johnson – Mehl – Avrami and logistic) describing the kinetics of bainite transformation are proposed. It is shown that the description of the bainitic transformation kinetics by the KJMA equation in the temperature range 350...400 °C yields sufficiently poorer approximation of the experimental kinetics in comparison with the logistic function.

*Keywords:* steel, bainite transformation, metallography, dilatometry, durometry, KJMA, logistic function, 25G2S2N2MA.

В настоящее время высокопрочная сталь 25Г2С2Н2МА широко используется за рубежом для производства бурового инструмента, в связи с этим проявляется практический интерес к изучению бейнитного превращения в данной стали.

Целью настоящей работы является исследование распада переохлажденного аустенита стали 25Г2С2Н2МА в бейнитной области при изотермической выдержке.

Материалом исследования является сталь 25Г2С2Н2МА промышленной выплавки. Исходная прокатанная заготовка имела диаметр 120 мм. Химический состав исследуемой стали приведён в табл. 1.

Таблица 1

Химический состав стали 25Г2С2Н2МА, масс. %

Сталь	C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	Cu	Al	P	S
25Г2С2Н2МА	0.24	1.42	1.35	0.31	1.71	0.4	0.16	0.028	0.008	0.004

Проведен металлографический, дюрOMETрический, дилатометрический анализ распада переохлажденного аустенита стали 25Г2С2Н2МА по второй ступени в изотермических условиях в температурном интервале 350...400 °С. Температура аустенитизации составляла 925 °С, время выдержки 40 мин.

Кинетика изотермического распада переохлажденного аустенита при температурах 350 и 400 °С представлена на рис. 1.

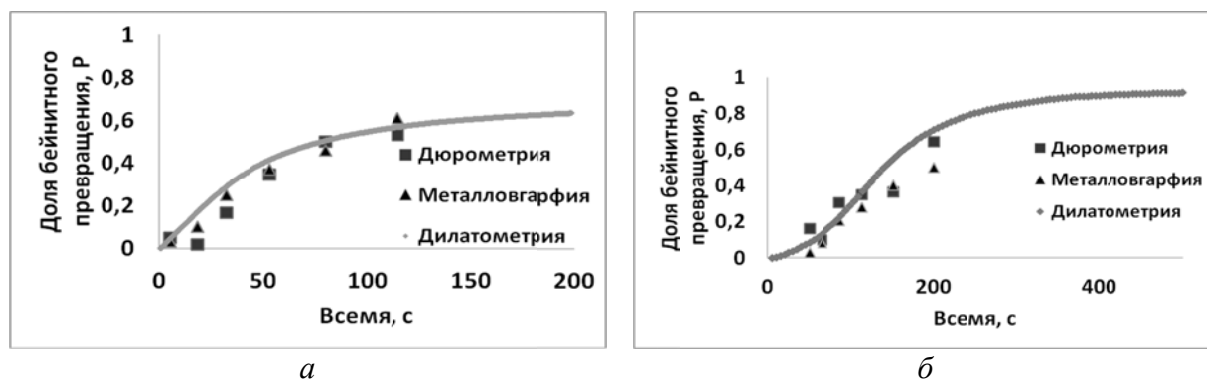


Рис. 1. Кинетика изотермического бейнитного превращения в стали 25Г2С2Н2МА при температурах: *а* – 350 °С, *б* – 400 °С

Уравнение Колмогорова–Джонсона–Мела–Аврами (КДМА) (1) позволяет оценить кинетику формирования новых фаз и структурных составляющих при изотермической выдержке с течением времени:

$$P = 1 - \exp(-k\tau^n), \quad (1)$$

где  $P$  – доля превращенного аустенита;  $\tau$  – время, с;  $k$ ,  $n$  – температурно-зависимые коэффициенты.

Экспериментальные данные были построены в координатах « $\ln(-\ln(1-P)) - \ln t$ » и аппроксимированы линейной зависимостью от логарифма времени изотермической выдержки  $\ln t$ . Для температуры изотермической выдержки 400 °С кинетика распада переохлажденного аустенита, полученная дюротрическим, металлографическим, дилатометрическим методами приведена на рис. 2.

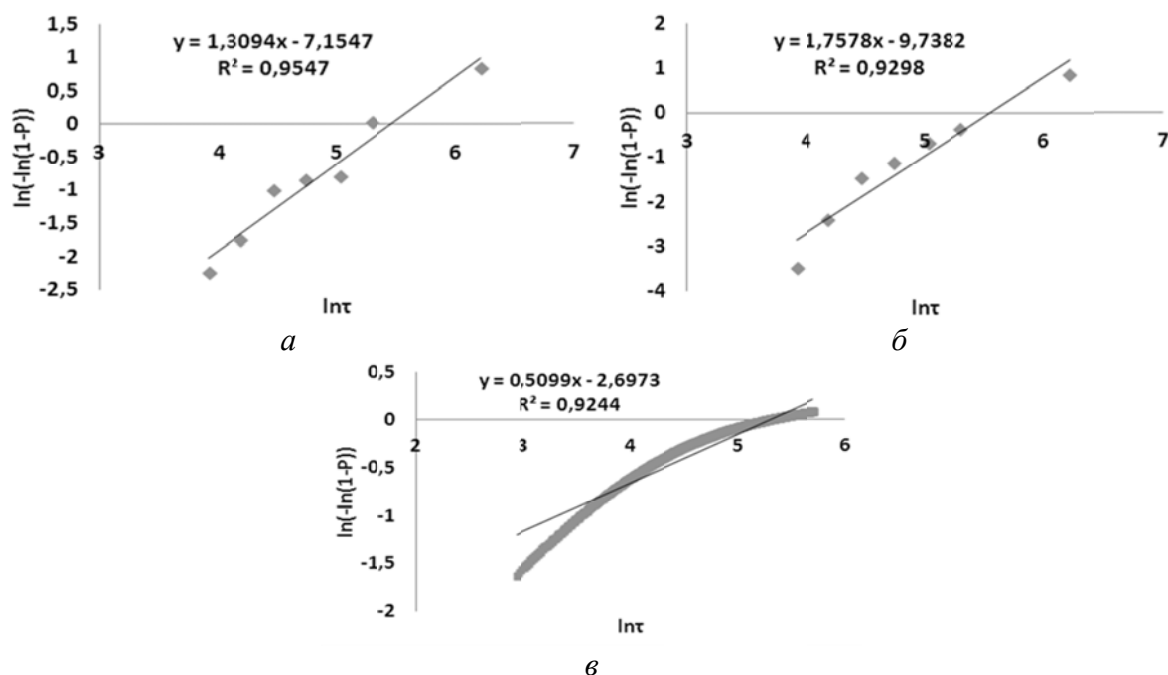


Рис. 2. Изменение параметра  $\ln(-\ln(1-P))$  от логарифма времени  $\ln t$  при изотермической выдержке 400 °С, полученное: а – дюротрическим методом; б – металлографическим методом; в – дилатометрическим методом

Учитывая существенную нелинейность экспериментальных данных в координатах « $\ln(-\ln(1-P)) - \ln t$ » было предложено описать исходную кинетику превращения с помощью логистической функции:

$$P = 1 - P^{\max}_t / \{1 + \exp[b + a \cdot \ln(\tau)]\}, \quad (2)$$

где  $P$  – доля образующегося бейнита;  $\tau$  – время, с;  $P^{\max}_t$  – максимальное равновесное количество бейнита, образующегося при температуре изотермической выдержки  $t$ ;  $a$ ,  $b$  – температурно-зависимые коэффициенты, постоянные в течение времени изотермической выдержки при конкретной температуре.

На рис. 3 приведено изменение логарифма  $\ln((1/P)-1)$  от  $\ln t$  для логистической функции при изотермической выдержке 400 °С для стали 25Г2С2Н2МА. Коэффициенты  $a$  и  $b$  логистической функции постоянны, поскольку описываются прямой в координатах  $\ln((1/P)-1)$  от  $\ln t$  с высоким коэффициентом детерминации  $R^2$ .



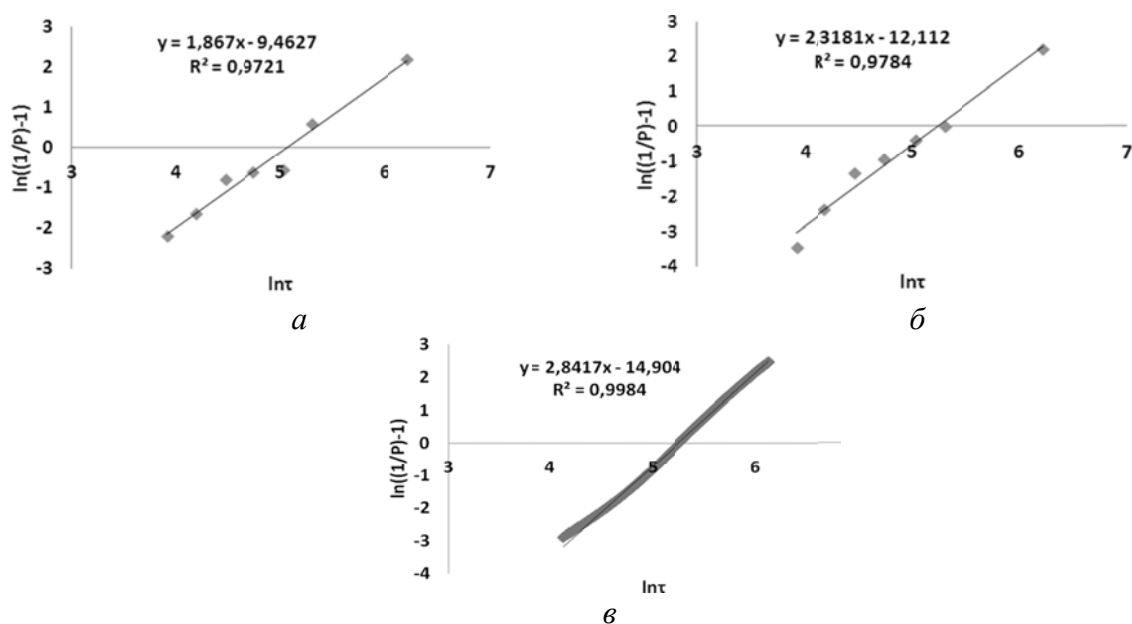


Рис.3. Изменение логарифма  $\ln((1/P)-1)$  от логарифма времени  $\ln\tau$  при изотермической выдержке 400 °С, полученное: а – дюрOMETрическим методом; б – металлографическим методом; в – дилатометрическим

Экспериментальная кинетика распада переохлажденного аустенита, полученная дюрOMETрическим (рис. 4, а), металлографическим (рис. 4, б) и дилатометрическим методами (рис. 4, в), описана уравнением КДМА и логистической функцией.

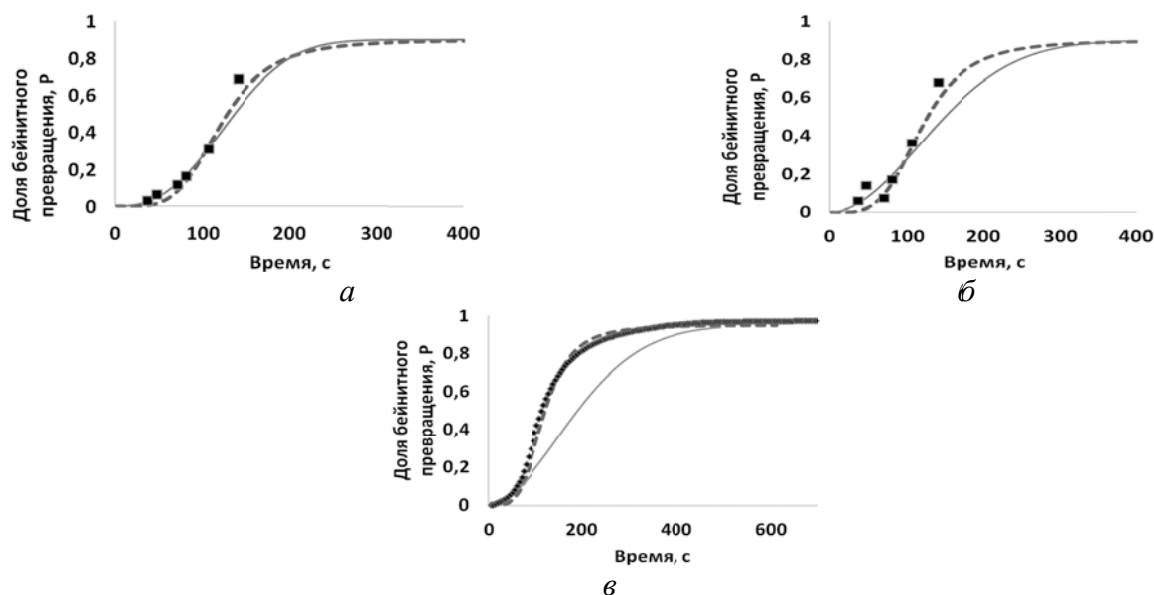


Рис. 4. Экспериментальная кинетика распада переохлажденного аустенита стали 25Г2С2Н2МА, температура изотермической выдержки 370 °С, полученная: а – дюрOMETрическим методом; б – металлографическим методом; в – дилатометрическим методом (сплошная линия – описание уравнением КДМА; пунктирная линия – описание логистической функцией; черные маркеры – экспериментальные значения)

Определены суммы квадратов разности между экспериментальными и расчетными значениями доли бейнита, полученными с использованием уравнения КДМА и логистической функции для описания данных дюрOMETрического, металлографического и дилатометрического анализа.

Описание кинетики бейнитного превращения уравнением КДМА дает во всем температурном интервале худшее приближение к экспериментальной кинетике по сравнению с логистической функцией. Значения суммы квадратов разности экспериментальных и расчетных значений доли превращения при описании уравнением КДМА в 2...45 раз больше суммы квадратов разности при применении логистической функции в температурном интервале 350...400 °C (рис. 5).

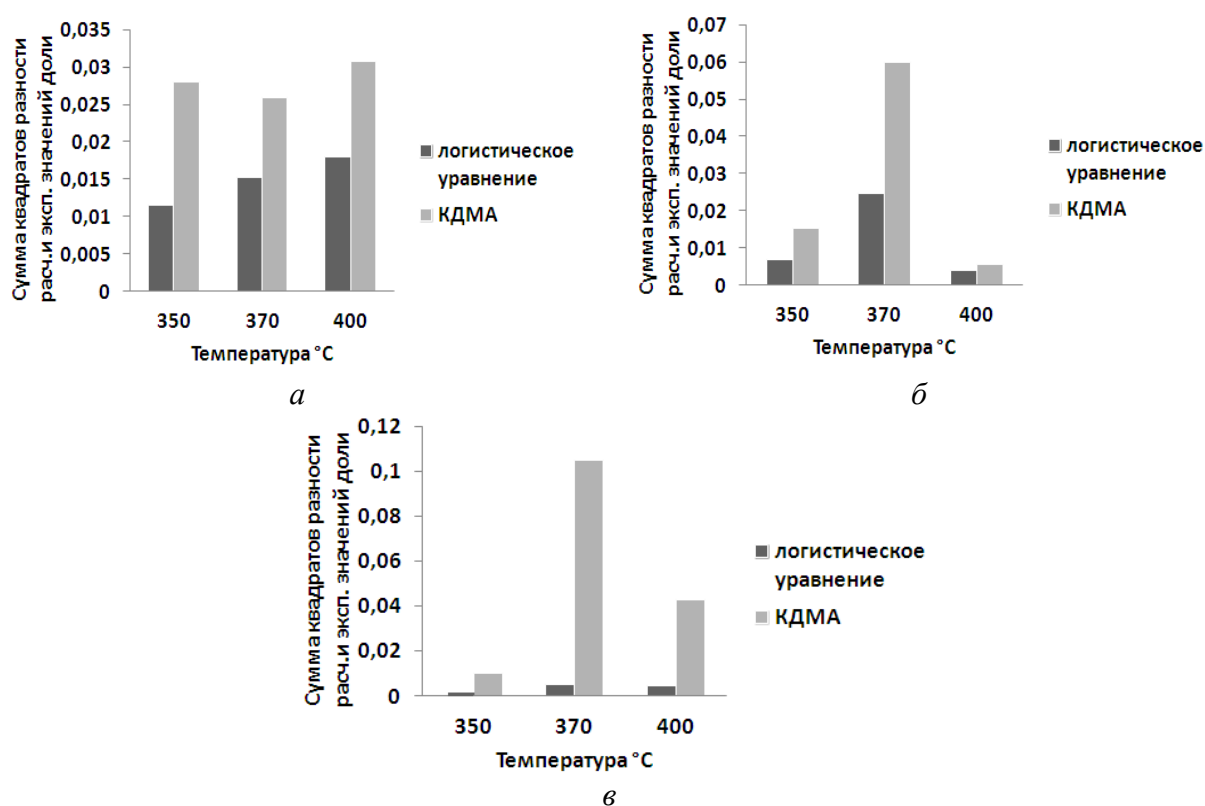


Рис. 5. Сумма квадратов разностей экспериментальной и расчетной кинетики бейнитного превращения в стали 25Г2С2Н2МА: а – дюрOMETрический метод; б – металлографический метод; в – дилатометрический метод

Таким образом, аналитическое описание логистической функцией кинетики бейнитного превращения в стали 25Г2С2Н2МА в температурном диапазоне 350...400 °C обладает существенно большей адекватностью по сравнению с описанием уравнением КДМА.

*Работа выполнена в рамках Гранта Президента РФ для молодых ученых – кандидатов наук МК-7929.2016.8.*

**А. С. Бегунова\*, Р. В. Камалов, Г. А. Яковлев**

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

\* *n.s.begun@gmail.com*

Научный руководитель – проф., канд. техн. наук *В. И. Гроховский*

## ВЛИЯНИЕ ПОВЕРХНОСТНЫХ СТРУКТУР МЕТЕОРИТА СЕЙМЧАН НА СИНТЕЗ УГЛЕРОДНЫХ НАНОТРУБОК

В качестве подложек при синтезе углеродных нанотрубок химическим осаждением из газовой фазы применяют Fe, Ni, Co и их сплавы. В настоящей работе синтез нанотрубок осуществлялся на поверхности палласита Сеймчан. Образцы метеорита содержали в себе системы сплавов Fe–Ni с различной структурой и содержанием Ni. Была изучена зависимость роста УНТ от состава подложки.

*Ключевые слова:* нанотрубки, синтез, метеорит, Сеймчан, CVD.

**A. S. Begunova, R. V. Kamalov, G. A. Yakovlev, V. I. Grokhovsky**

## INFLUENCE OF METEORITE SEYMCHAN SURFACE STRUCTURES ON SYNTHESIS OF CARBON NANOTUBES

Fe, Ni, Co and their alloys substrates are applied for synthesis of carbon nanotubes by CVD technique. In this work carbon nanotubes were synthesized on the surface of Seymchan Pallasite. Meteorite surface consists on different Fe–Ni alloys, which are represented by various structures and nickel content. The dependence of carbon nanotubes growth on the composition of surface is studied.

*Keywords:* nanotubes, CVD, synthesis, meteorite, Seymchan.

Синтез углеродных нанотрубок (УНТ) методом химического парового осаждения (CVD) осуществляется на поверхностях, содержащих зародыши для формирования углеродных структур. В качестве таких поверхностей используются Fe, Ni, Co подложки [1]. В данной работе использовалась металлическая часть палласита Сеймчан. Образцы имели видманштеттовую структуру, образованную балками камасита ( $\alpha$ -фаза (Fe,Ni) с 4–7,5 мас. % Ni) и различную морфологию плессита – мелкодисперсная смесь камасита и тэнита ( $\gamma$ -фаза (Ni, Fe), 25–65 мас. % Ni) [2, 3]. Наличие разных железоникелевых минералов на небольшом участке образца (1–2 см<sup>2</sup>) позволяет проследить зависимость роста УНТ от состава подложки.

Образцы метеорита были подготовлены по стандартной методике приготовления металлографических шлифов, затем подвергнуты

травлению в 2 % растворе  $\text{HNO}_3$  в  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ . Углеродные нанотрубки синтезировали на автоматизированной установке CVDomna, в реакционную зону которой подавалась парогазовая смесь, содержащая этиловый спирт (95 %). Процесс пиролиза этанола проводился при температуре 600 °С и давлении 15 кПа в течение 5 минут. Охлаждение образца проводилось в разряженной атмосфере воздуха. Затем образец механически зачищался от плохо сцепленного осажденного углерода и исследовался с помощью сканирующего электронного микроскопа SIGMA VP. После этого часть образца была механически очищена от углерода для проведения химического анализа.

Методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии был исследован химический состав этих областей. Как видно на рис. 2 и в таблице, содержание никеля в областях 1–5 больше 15 %, структура образца в этих областях состоит из плессита, кроме того, при приближении к области 5 содержание никеля увеличивается до 41 %, что свидетельствует о наличии в этом месте образца М-профиля [3]. Области 6–9 содержат не более 7,5 % никеля, что соответствует камаситу.

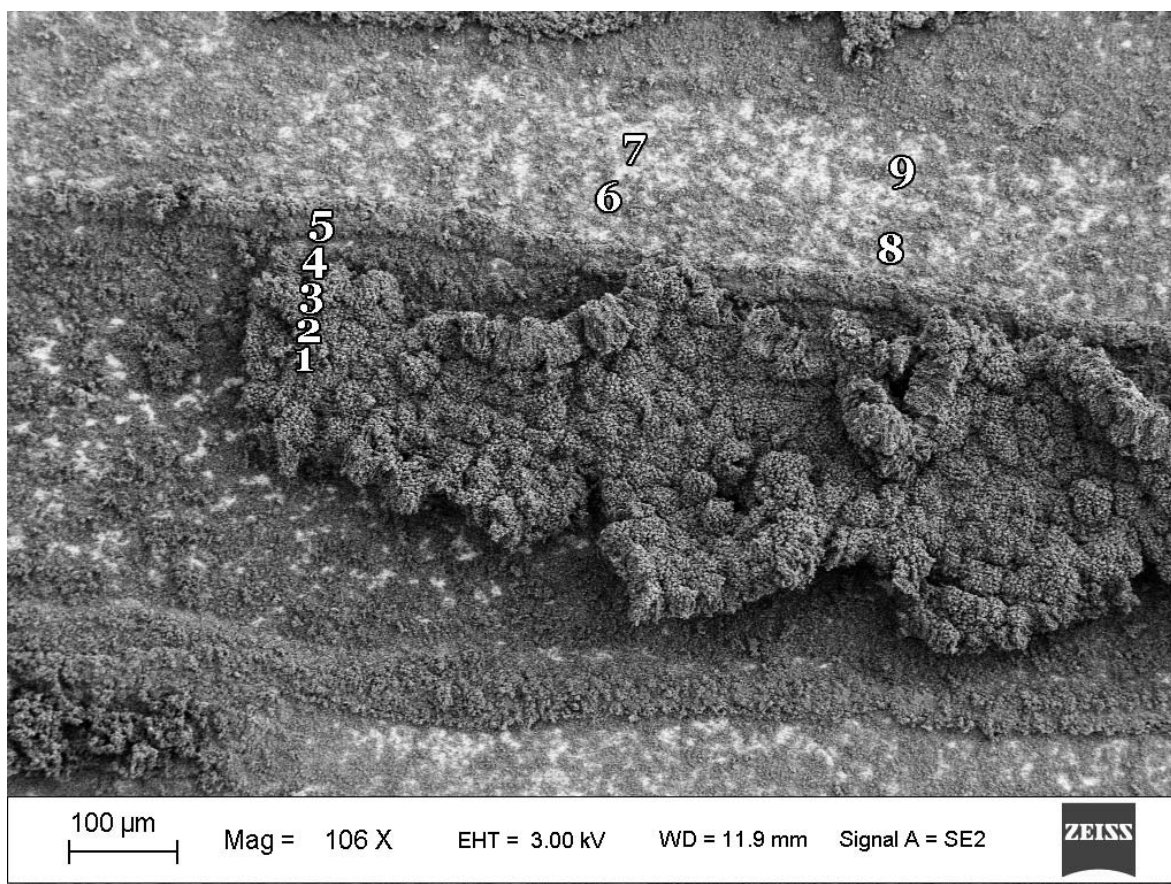


Рис. 1. SEM-изображение с областями EDS анализа: 1–5 – плессит, 6–9 – камасит

## Области химического анализа

Плессит		Камасит	
Область анализа	содержание Ni, мас. %	Область анализа	содержание Ni, мас. %
1	15,7	6	7,2
2	18,6	7	7,0
3	23,1	8	6,5
4	27,6	9	7,0
5	41,0	—	—

С помощью сканирующего электронного микроскопа были найдены нанотрубки на поверхности образца. Области 1–5, соответствующие плесситу преимущественно содержали углеродные нанотрубки с аспектным отношением больше 10 (рис. 2, *а*), диаметр трубок 108–219 нм, средний диаметр – 156 нм. В областях 6–9, соответствующих камаситу, присутствуют нанотрубки с аспектным отношением 4–6 (рис. 2, *б*), диаметр трубок 93–237 нм, средний диаметр 154 нм.

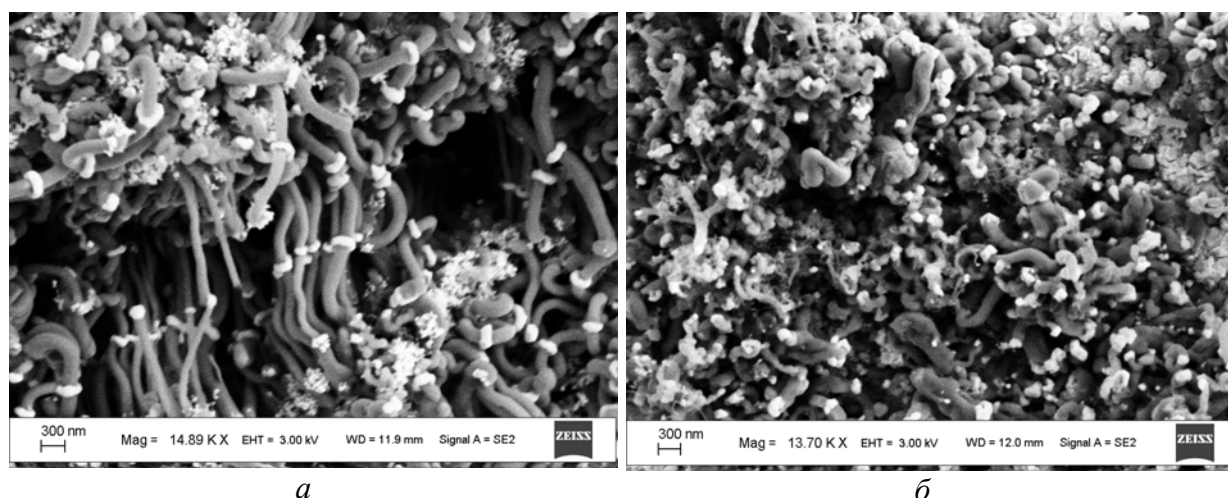


Рис. 2. SEM-изображения углеродных нанотрубок с высоким аспектным отношением (*а*) и низким (*б*)

В процессе исследования было выявлено, что состав подложки влияет на рост углеродных нанотрубок CVD-методом. Наиболее ровный массив нанотрубок с диаметрами в диапазоне 108–219 нм и высоким аспектным отношением получен на поверхности со структурой плессита (содержание никеля 15–41 мас. %). На поверхности камасита (содержание никеля до 7,5 мас. %) получены углеродные образования с малым аспектным отношением 4–6 и диаметром 93–237 нм.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Kumar M. Y. CVD of CNT: A Review on Growth Mechanism and Mass Production / M. Kumar, Y. Ando // Journal of Nanoscience and Nanotechnology. 2010. Vol. 10. P. 3739–3758.
2. Seymchan: a main group pallasite – not an iron meteorite / D. van Niekerk D [et al.] // Meteoritics and Planetary Science. 2007. Vol. 42. P. 154.
3. Buchwald V. F. Primary Structures of Iron Meteorites. Handbook of Iron Meteorites / V. F. Buchwald // The Regents of the University of California. 1975. Vol. 1. P. 115–124.

***А. В. Курганов\*, Н. В. Юршева***

Оренбургский государственный университет, г. Оренбург

\* *andrei\_kurganov@mail.ru*,

Научный руководитель – доцент, канд. техн. наук *В. И. Юршев*

## ОЦЕНКА ВЛИЯНИЯ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ ПОРОШКОВОЙ БЫСТРОРЕЖУЩЕЙ СТАЛИ ТИПА ASP 2030

Интенсивное развитие отечественной металлургии и машиностроения отразилось на производстве и использовании в больших объемах инструментальных материалов со специальными свойствами. Появился ряд новых прогрессивных инструментальных сталей, что вызвало существенные изменения в структуре производства и потребления инструментальных сталей разного назначения.

*Ключевые слова:* порошковая сталь, отжиг, химический анализ, ASP 2030, структура, термическая обработка.

***A. V. Kurganov, N. V. Yursheva***

## EVALUATION OF THE INFLUENCE OF PRELIMINARY THERMAL PROCESSING ON THE STRUCTURE OF POWDER FAST EXTRACT STEEL TYPE ASP 2030

Intensive development of domestic metallurgy and machine building affected the production and use of large-scale tool materials with special properties. A number of new progressive tool steels appeared, which caused significant changes in the structure of production and consumption of tool steels for various purposes.

*Keywords:* powder steel, annealing, chemical analysis, ASP 2030, structure, heat treatment.

При производстве стандартных быстрорежущих сталей, применяемых для изготовления режущего инструмента, возникают сложности в получении мелкозернистой однородной структуры с равномерным распределением карбидной фазы. В структуре этих сталей часто наблюдается большая карбидная неоднородность, которая значительно ухудшает динамическую прочность литых сталей [1]. Повысить стойкость тяжелонагруженного режущего инструмента можно заменой быстрорежущей стали, полученной металлургическим способом,

на сталь, полученную методом порошковой металлургии. Это позволяет исключить образование в структуре стали крупных угловатых карбидов, следовательно, после термической обработки порошковые стали обладают более высокими физико-механическими свойствами.

Перспективность технологий порошковой металлургии обусловлена в первую очередь возможностью получения изделий, не требующих дополнительной механической обработки. Особенностью структурного состояния изделий из конструкционных сталей, изготавливаемых по технологии порошковой металлургии, является остаточная пористость, неоднородность по содержанию углерода и других легирующих элементов, а также повышенное содержание примесей, неметаллических включений на межчастичных границах и т. д. Это отрицательно сказывается на эксплуатационных характеристиках деталей и элементов конструкций, изготовленных из порошковых материалов.

Для повышения прочностных характеристик изделия из порошковых сталей часто подвергают термической обработке – закалке с последующим отпуском [2].

Опыт промышленного применения режущего инструмента из порошковых быстрорежущих сталей показал, что наиболее характерными причинами выхода инструмента из строя является износ и скалывание рабочей части, причем доля инструмента, вышедшего из строя в результате выкрашивания, выше чем в результате износа. Особенно это проявляется на инструменте из порошковой быстрорежущей стали, который в процессе эксплуатации испытывает ударные нагрузки.

ASP 2030 – высоколегированная быстрорежущая сталь (табл. 1), содержащая в качестве связки до 8,5 % кобальта. Она изготавливается методом порошковой металлургии с использованием процесса ASP.

Процесс ASP заключается в распыление металла мощными струями азота на мельчайшие капли, которые затвердевают с очень высокой скоростью.

Порошок собирается в стальной капсуле, которая заваривается и следует на спрессовку порошка по методу горячего изостатического прессования.

Таблица 1

Состав быстрорежущей стали ASP 2030

Состав	C	Cr	Mo	W	V	Co
%	1.28	4.2	5.0	6.4	3.1	8.5
Стандарт	SS 2726					

В результате получается однородная сталь с уникальными характеристиками. Однородная структура ASP 2030 усиливает такие



качества, как стабильность размеров и устойчивость формы во время термической обработки, а также повышает шлифуемость и прочность. Прочность высока даже при больших размерах. Распределение карбидов и химический анализ образцов в исходном состоянии представлен на рис. 1, 2 и табл. 2.

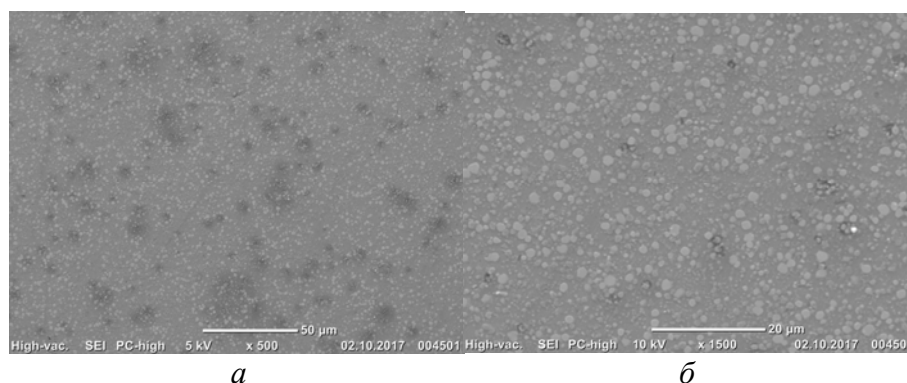


Рис. 1. Распределение карбидов в металлической основе материала в состоянии поставки при увеличении: *a* –  $\times 500$ ; *б* –  $\times 1500$

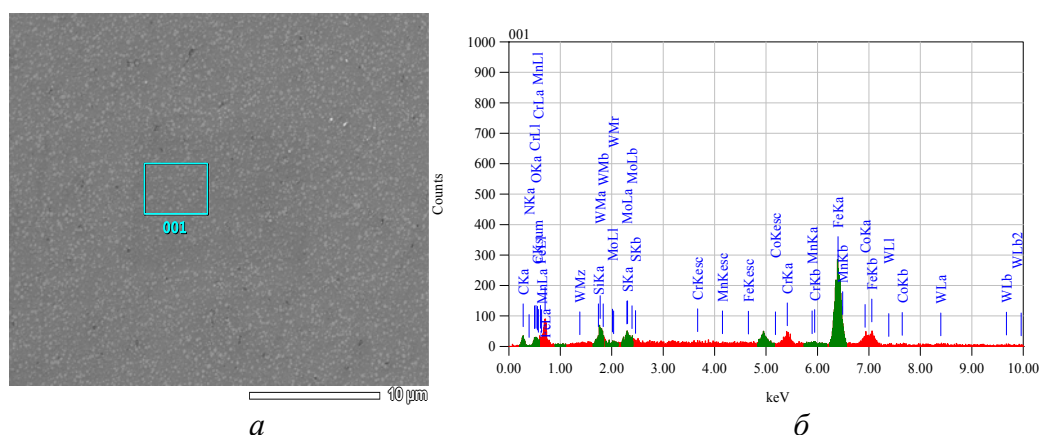


Рис. 2. Химический анализ образцов в исходном состоянии (JEOL JCM-6000): *а* – область химического анализа; *б* – результат химического анализа

### Таблица 2

## Содержание элементов в исходном состоянии материала

Элементы	C	N	O	Si	S	Cr	Mn	Fe	Co	Mo	W
Содержание, %	4.49	0.23	1.05	0.19	0.48	6.15	0.51	66.73	7.61	5.56	7.01

Химический анализ был произведен на настольном растровом электронном микроскопе JEOL JCM-6000. Образцы, изготовленные из указанного материала, подвергли отжигу, при температуре 900 °С в течение часа. Температуру контролировали с точностью  $\pm 10^\circ\text{C}$ . Образцы

охлаждали с печью. Распределение карбидов и химический анализ образцов после отжига представлен на рис. 3, 4 и табл. 3.

Соотношение основных фазовых составляющих в отожженном материале зависит от пористости и содержания углерода. С увеличением пористости уменьшается количество мартенсита, растет количество остаточного аустенита. Увеличение содержания углерода действует в обратном направлении. С уменьшением пористости и увеличением содержания углерода растут мартенситное расстояние, тетрагональность мартенсита, что говорит об увеличении растворенного углерода в твердом растворе [3].

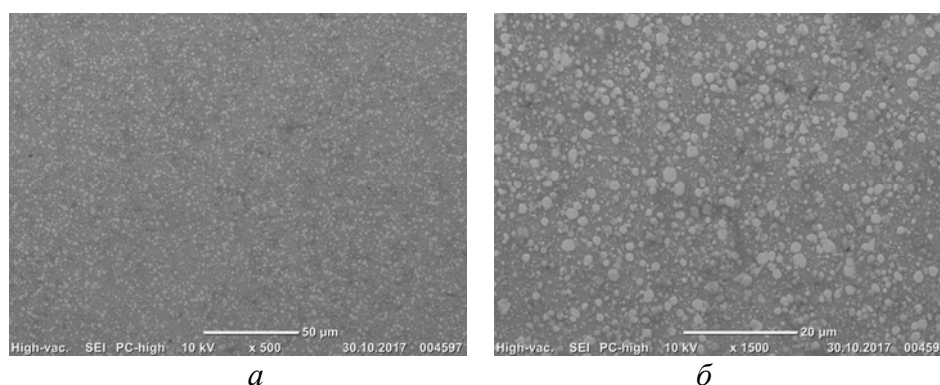


Рис. 3. Распределение карбидов после отжига при увеличении:  
 $a - \times 500$ ;  $b - \times 1500$

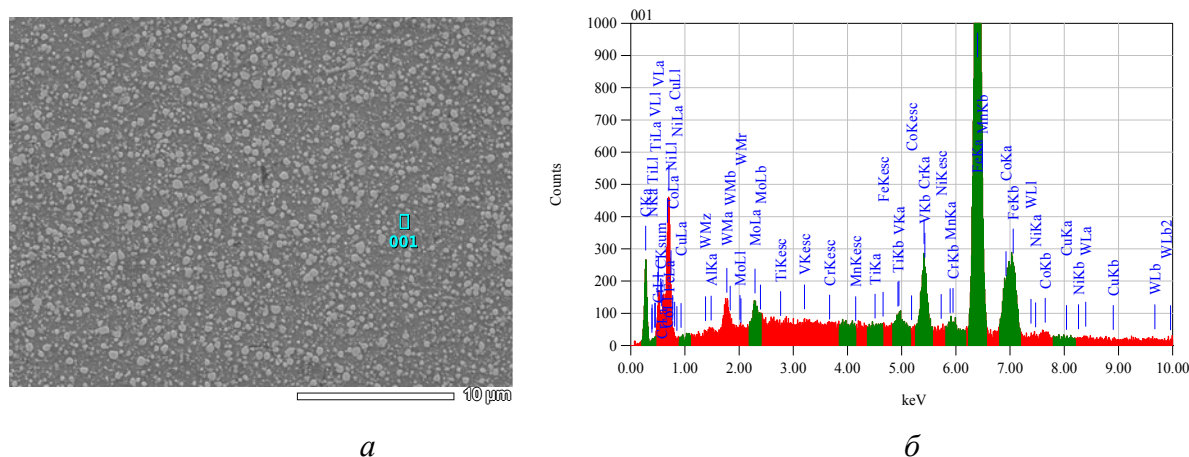


Рис. 4. Химический анализ образцов в отожженном состоянии (JEOL JCM-6000):  
 $a$  – область химического анализа;  $b$  – результат химического анализа

Таблица 3

Содержание элементов в отожженном состоянии материала

Элементы	C	N	Al	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Mo	W
Содержание, %	5.15	0.75	0.10	0.06	0.95	6.20	0.24	73.45	7.83	0.30	3.09	1.88

После отжига за счет диффузии произошло выравнивание химического состава стали. Микроструктура стала более однородной, выделились более мелкие карбиды вольфрама, молибдена, марганца, кобальта и др.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Далис Е. Д. Быстрорежущие инструментальные стали, полученные методом порошковой металлургии // Порошковая металлургия материалов специального назначения / Е. Д. Далис. Москва : Машиностроение, 1977. 300 с.
2. Гуревич Ю. Г. Термическая обработка порошковых сталей / Ю. Г. Гуревич, В. И. Рахманов. Москва : Металлургия, 1985. 80 с.
3. Термообработка порошковых сталей / С. И. Богодухов [и др.]. Москва : Вестник ОГУ 5, 2004. С. 150–153.

**А. В. Желнина<sup>1, 2\*</sup>, А. Г. Илларионов<sup>1</sup>, М. С. Калиенко<sup>1, 2</sup>**

<sup>1</sup>Уральский федеральный университет имени первого Президента России

Б. Н. Ельцина, г. Екатеринбург

<sup>2</sup> ПАО «Корпорация ВСМПО АВИСМА», Верхняя Салда

\* *avzhelnina@gmail.com*

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук А. А. Попов

## ВЛИЯНИЕ ПРИМЕСЕЙ В СПЛАВЕ Ti–5Al–5V–5Mo–3Cr–1Zr НА ТЕМПЕРАТУРУ ПОЛИМОРФНОГО ПРЕВРАЩЕНИЯ И СВОЙСТВА В ТЕРМОУПРОЧНЕННОМ СОСТОЯНИИ

В работе изучено влияние различного содержания примесей внедрения (кислорода, углерода) на температуру полного полиморфного  $\alpha+\beta \rightarrow \beta$ -превращения ( $T_{\text{пп}}$ ) и комплекс свойств в термоупрочненном состоянии титанового сплава Ti–5Al–5V–5Mo–3Cr–1Zr. Показана возможность определения  $T_{\text{пп}}$  сплава методом дифференциальной сканирующей калориметрии с точностью сопоставимой с методом пробных закалок.

*Ключевые слова:* титановый сплав VST55531, примеси внедрения, упрочняющая термическая обработка, температура полиморфного превращения титановых сплавов.

***A. V. Zhelnina, A. G. Illarionov, M. S. Kalienko***

## THE EFFECT OF IMPURITIES ON $\beta$ -TRANSUS TEMPERATURE AND PROPERTIES OF Ti–5Al–5V–5Mo–3Cr–1Zr ALLOY

The effect of interstitial impurities (oxygen, carbon) different content on  $\beta$ -transus temperature and complex of properties in the heat-strengthened condition of the Ti–5Al–5V–5Mo–3Cr–1Zr titanium alloy has been studied. The possibility of determining alloy  $\beta$ -transus temperature by the differential scanning calorimetry method with accuracy comparable with the test quenching method is shown in this paper.

*Keywords:* titanium alloy VST55531, alloying elements, hardening heat treatment,  $\beta$ -transus temperature, differential scanning calorimetry, test quenching method.

Сплав Ti–5Al–5V–5Mo–3Cr–1Zr относится к высокопрочным термически упрочняемым титановым сплавам, используемым для изготовления крупногабаритных деталей шасси и планера самолетов [1].

$T_{\text{пп}}$  сплава является важной его характеристикой от которой зависит температура заковки и режимы деформации полуфабрикатов.  $T_{\text{пп}}$  на производстве определяют достаточно трудоемким методом пробных заливок (ПЗ) [2]. В качестве альтернативы этому методу всё более широко используют методы термического анализа – термоэлектрический [3], и особенно дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК) [4, 5].

Увеличение содержания кислорода, углерода в сплавах титана даёт эффективное повышение прочностных свойств [6, 7], влияет на формирование фазового состава и текстуры [8] и приводит к снижению пластичности [9]. В тоже время использование сплавов титана с высоким содержанием примесей способствует снижению производственных затрат из-за снижения требований к качеству шихтовых материалов.

В работе поставлена цель изучить влияние содержания примесей (кислорода, углерода) на  $T_{\text{пп}}$  и комплекс свойств деформированных полуфабрикатов из титанового сплава Ti–5Al–5V–5Mo–3Cr–1Zr.

### Материал и методика исследования

Исходным материалом для исследования служили деформированные в  $(\alpha+\beta)$ -области поковки из сплава Ti–5Al–5V–5Mo–3Cr–1Zr с различным содержанием примесей, таких как кислород и углерод. Структурные алюминиевый и молибденовый эквиваленты сплавов ( $[Al]_{\text{стр. экв.}}$  и  $[Mo]_{\text{стр. экв.}}$ ), и содержание примесей внедрения в них приведены в таблице 1. Составы подобраны так, что отличаются главным образом по  $[Al]_{\text{стр. экв.}}$  за счёт изменения содержания примесей, а  $[Mo]_{\text{стр. экв.}}$  практически одинаков.

Таблица 1

Данные по химическому составу сплавов Ti–5Al–5V–5Mo–3Cr–1Zr

Сплав	Содержание примесей, мас. %				$[Al]_{\text{стр. экв.}}$	$[Mo]_{\text{стр. экв.}}$
	O	C	N	Zr		
1	0,176	0,009	0,005	0,99	7,0	14,89
2	0,25	0,025	0,004	0,91	7,86	14,40

Определение  $T_{\text{пп}}$  сплавов проводилось методом пробных заливок с шагом в 5 °С, а также методом (ДСК) на приборе синхронного термического анализа STA 449 C Jupiter по методике из диссертации [10]. Нагрев и охлаждение образцов проводили в инертной атмосфере аргона.

Сплавы перед механическими испытаниями были подвергнуты упрочняющей термической обработке – заковке в воду из  $(\alpha+\beta)$ -области (выдержка 4 часа) и старению в течение 8-ми часов в диапазоне температур 580 ÷ 660 °С.

Определение механических характеристик при испытании на растяжение проводилось на разрывной машине Insight-200 на образцах,

вырезанных из поперечного сечения поковки. Для испытания на вязкость разрушения с определением параметра  $K_{IC}$  в поперечно-высотном направлении использовали машину MTS Landmark 250. Микроанализ осуществляли на микроскопе LEICA DMI 5000M.

### Результаты и их обсуждение

Значения  $T_{пп}$ , определенные методом ПЗ, сплавов 1,2 приведены в табл. 2 и видно, что с увеличением содержания примесей от сплава 1 к сплаву 2 происходит закономерное увеличение  $T_{пп}$ .

На рис. 1 представлена зависимость изменения объёмной доли первичной  $\alpha$ -фазы от температуры нагрева под закалку. Увеличение содержания примесей внедрения кислорода до 0,25 мас. % и углерода до 0,025 мас. % сдвигает область растворимости частиц  $\alpha$ -фазы в сторону более высоких температур, затрудняя процесс растворения  $\alpha$ -фазы в  $\beta$ -твёрдом растворе вблизи  $T_{пп}$  (плато на кривой для сплава 2).

Таблица 2

Данные по  $T_{пп}$ , полученные методами ПЗ и ДСК

№ сплава	1	2
$T_{пп}$ , °C (ПЗ)	868	883
$T_{пп}$ , °C (ДСК)	865	879

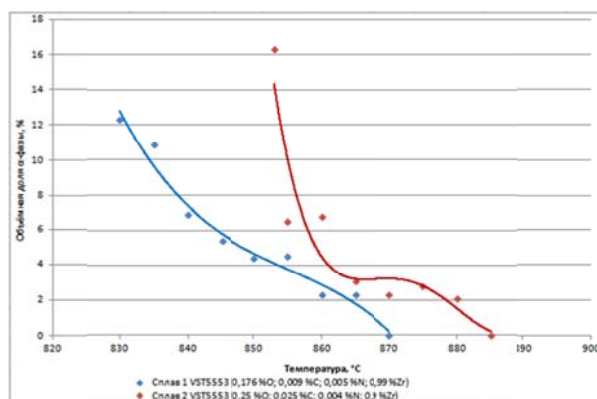


Рис. 1. Изменение объёмной доли  $\alpha$ -фазы с температурой закалки сплавов 1,2

Анализ кривых ДСК повторного нагрева (рис. 2), для сплавов 1,2 показал, что для них характерно наличие неярко выраженного эндоэффекта в области температур нагрева выше 800 °C, связанного с протеканием  $(\alpha+\beta) \rightarrow \beta$ -превращения. На линиях производных с этих кривых ДСК в области эндоэффекта появляются пики у которых температура максимума ( $T_{dmax}$ ) находится в области более высоких температур в сплаве 2, имеющем более высокий  $[Al]_{стр. экв.}$ .  $T_{пп}$  сплавов, рассчитанная исходя из  $T_{dmax}$  и  $[Mo]_{стр. экв.}$  [10], представлена в табл. 2. Разница между значениями  $T_{пп}$  определенными методами ДСК и ПЗ составляет 3–4 °C и сопоставима с погрешностью метода ПЗ.

Изменение механических свойств в поперечном сечении поковок исследуемых составов сплава Ti–5Al–5V–5Mo–3Cr–1Zr от температуры старения представлено на рис. 3, а, б. Видно, что по мере увеличения температуры старения наблюдается закономерное понижение прочностных и повышение пластических характеристик (рис. 3, а, б). При этом увеличение содержания примесей от сплава 1 к сплаву 2 способствует при одинаковых температурах старения получению более высоких прочностных и низких пластических характеристик (рис. 3).

На образцах, состаренных при температуре 620 °С, определена вязкость разрушения ( $K_{IC}$ ). Полученные значения  $K_{IC}$  (42 МПа·√м – сплав 1, 32 МПа·√м – сплав 2) свидетельствуют, что с увеличением [Al]<sub>стр экв</sub> и содержания примесей от сплава 1 к сплаву 2 происходит снижение вязкости разрушения.

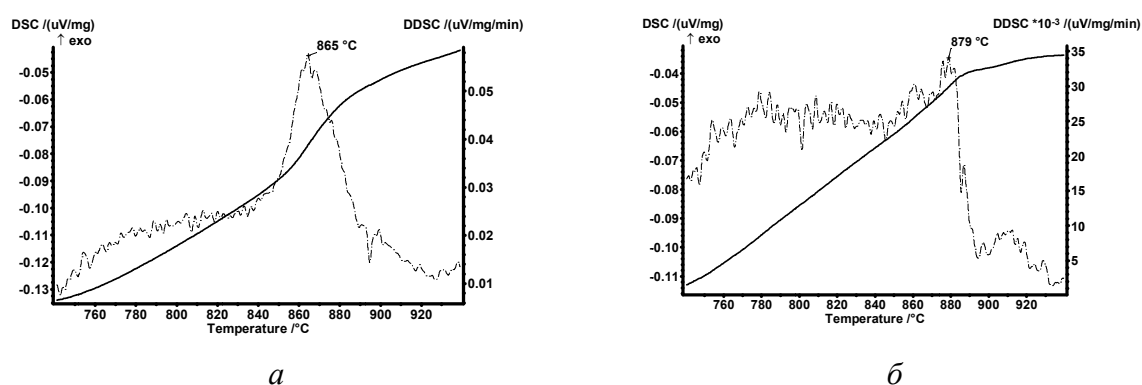


Рис. 2. Кривые ДСК повторного нагрева (сплошные линии) и соответствующие им дифференциальные кривые (пунктирные линии) для сплавов 1 (а) и 2 (б)

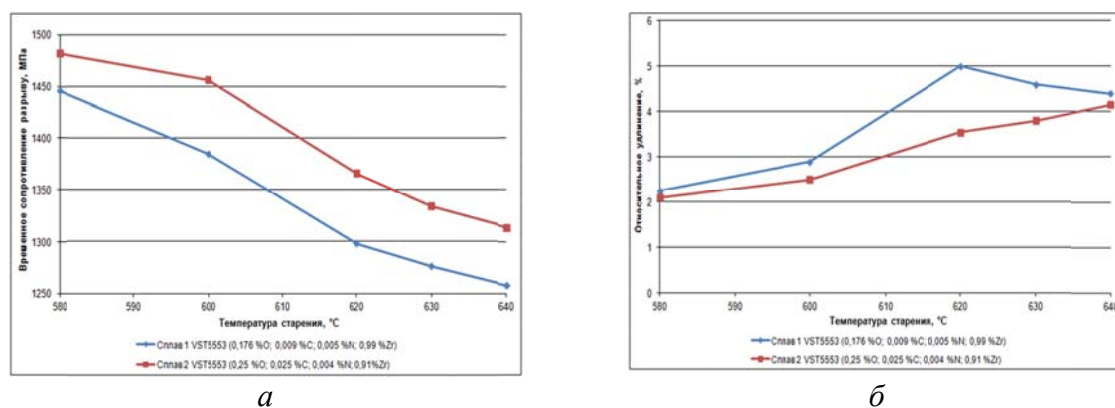


Рис. 3. Зависимость временного сопротивления разрыву (а), относительного удлинения (б) от температуры старения сплавов 1 и 2 после УТО

На основании проделанной работы сделаны следующие выводы:

1. Увеличение содержания кислорода до 0,25 мас. % и углерода до 0,025 мас. % в сплаве Ti–5Al–5V–5Mo–3Cr–1Zr затрудняет процесс растворения  $\alpha$ -фазы в  $\beta$ -твёрдом растворе вблизи  $T_{пп}$ .

2. Определенные методом ДСК значения  $T_{\text{пп}}$  сплавов 1,2 находятся в хорошем соответствии со значениями  $T_{\text{пп}}$ , полученными методом пробных закалок.
3. Увеличение содержания примесей кислорода и углерода от сплава 1 к сплаву 2 способствует при одинаковых температурах старения получению более высоких прочностных характеристик и низких характеристик пластичности и вязкости разрушения.

## ЛИТЕРАТУРА

1. State of the Art in Beta Titanium Alloys for Airframe Applications / James D. Cotton [et al.] // JOM. 2015. Vol. 67. № 6. P. 1281–1303.
2. Полуфабрикаты из титановых сплавов / К. В. Александров [и др.]. Москва : Металлургия, 1979. 512 с.
3. Илларионов И. А. Использование методов термического анализа для определения температуры полиморфного превращения в высоколегированном сплаве титана на основе  $\alpha$ -фазы / И. А. Илларионов, С. М. Илларионова // Труды XVI Международной Уральской школы-семинара металловедов – молодых ученых. Екатеринбург, 2015. С. 263–265.
4. Clement N. Comparison of microstructure and mechanical properties of the metastable beta titanium alloys Ti-LCB and Ti-555 / N. Clement, A. Lenain, P. J. Jacques // «Ti-2007 Science and Technology». Proceedings of the 11 th World Conf. on Titanium. Kyoto, 2007. Vol. 1. P. 495–498.
5. Использование метода термического анализа для определения температуры полного полиморфного превращения двухфазного титанового сплава / Д. В. Гадеев [и др.] // Титан. 2010. № 1. С.24–30.
6. Kahveci A. I. Effect of oxygen on the hardness and alpha/beta phase ratio of Ti–6Al–4V alloy / A. I. Kahveci, G. Welsh // Scripta Metall. 1986. Vol. 20. P. 1287–1290.
7. Conrad H. Effect of interstitial solutes on the strength and ductility of titanium / H. Conrad // Progress in Materials Science. 1981. Vol. 26 (2–4). P. 123–403.
8. Babareko A. A. Effect of supplementary alloying of titanium alloy VT23 on its phase composition and tendency to recrystallization / A. A. Babareko, I. V. Egiz, M. A. Khorev // Metal Science and heat treatment. 1993. Vol. 35, № 2. P. 116–120.
9. Liu Z. Effects of oxygen and heat treatment on the mechanical properties of alpha and beta titanium alloys / Z. Liu, G. Welsh / Met. Trans. A. 1988. Vol. 19A, № 3. P. 527–542.
10. Гадеев Д. В. Исследования фазовых превращений методами структурного и термического анализа в двухфазных сплавах на основе титана: дис. ... канд. техн. наук / Д. В. Гадеев. Екатеринбург : УрФУ, 2012. 158 с.



**М. В. Майсурадзе<sup>\*</sup>, М. А. Рыжков**

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

<sup>\*</sup>*spirallog@gmail.com*

## АНАЛИЗ ДЕФЕКТОВ СОВРЕМЕННЫХ МАШИНОСТРОИТЕЛЬНЫХ СТАЛЕЙ

Изучены дефекты современных низкоуглеродистых машиностроительных сталей 18Х2Н4МА, 25Х2Н4МА, 25Г2С2Н2МА. Показано, что наиболее часто встречающимися дефектами металлургического передела являются неметаллические включения, структурная полосчатость. Установлено, что включения карбонитрида титана значительно снижают эксплуатационную стойкость тяжело нагруженных деталей. Рассмотрены дефекты, формирующиеся при термической и химико-термической обработке деталей.

*Ключевые слова:* сталь, дефекты, неметаллические включения, структурная полосчатость, термическая обработка.

***М. V. Maisuradze, M. A. Ryzhkov***

## DEFECTS IN MODERN ENGINEERING STEELS

Defects of modern low-carbon engineering steels 18Kh2N4MA, 25Kh2N4MA, 25G2S2N2MA were studied. It was shown that the most frequently encountered defects in metallurgical processing are: non-metallic inclusions, microstructure banding. It has been established that the inclusion of titanium carbonitride significantly reduces the operational durability of heavily loaded parts. The defects formed during heat treatment and chemical-thermal processing of parts were also considered.

*Keywords:* steel, defects, non-metallic inclusions, microstructure banding, cracks, heat treatment.

Сталь является самым распространенным конструкционным материалом в современном машиностроении [1]. Для производства ответственных деталей применяются высококачественные стали [2], которые отвечают самым жестким требованиям к химическому составу, чистоте по неметаллическим включениям, однородности микроструктуры и механических свойств. Тем не менее, в ходе анализа причин преждевременных поломок машиностроительных деталей [3] зачастую выявляются дефекты металла, образовавшиеся на разных этапах

производства – от кристаллизации до финальной термической и механической обработки.

Химический состав исследуемых сталей приведен в табл. 1. Из данных сталей было изготовлено несколько партий машиностроительных деталей различного типоразмера. Детали из сталей 18Х2Н4МА и 25Х2Н4МА подвергались химико-термической обработке (цементации) для получения прочного, износостойкого поверхностного слоя. Для деталей из стали 25Г2С2Н2МА термическая обработка заключалась в объемной закалке в масле с последующим двукратным высокотемпературным отпуском [4].

Таблица 1

Химический состав исследуемых сталей, масс. %

Сталь	C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	Cu	S	P
18Х2Н4МА	0,17	0,27	0,30	1,45	4,15	0,32	0,12	0,008	0,016
25Х2Н4МА	0,26	0,25	0,34	1,48	4,16	0,35	0,19	0,004	0,007
25Г2С2Н2МА	0,24	1,42	1,35	0,31	1,71	0,40	0,21	0,005	0,007

*Структурная неоднородность.* Структурная неоднородность негативно сказывается на эксплуатационной стойкости деталей. На рис. 1 приведена микроструктура детали из стали 18Х2Н4МА после термической обработки. В поперечном сечении наблюдается пятнистая дендритообразная структура, состоящая из темных бейнитных участков и светлых мартенситных участков. Вдоль направления прокатки микроструктура представляет собой чередующиеся сплошные полосы бейнита и мартенсита.

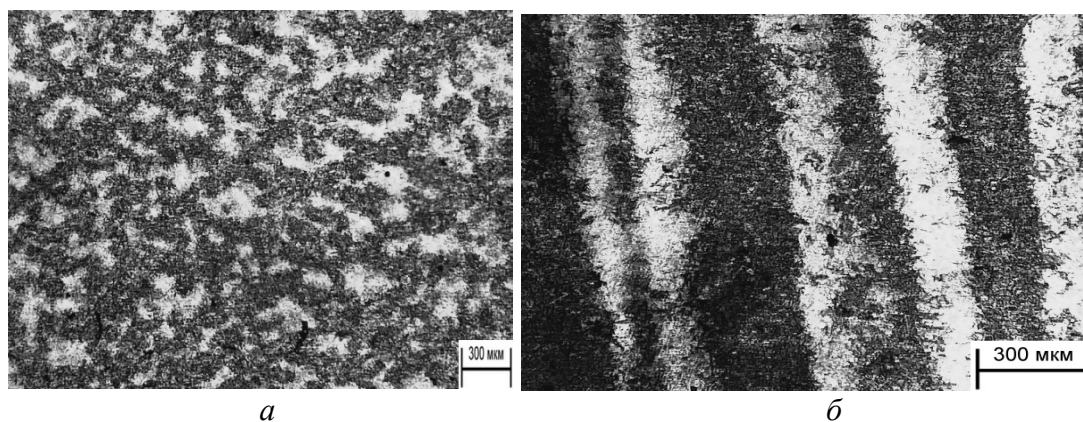


Рис. 1. Микроструктура стали 18Х2Н4МА: *а* – поперечное сечение; *б* – продольное сечение

Установлено, что структурная полосчатость является причиной анизотропии ударной вязкости машиностроительных сталей. Так, для образцов, ориентированных поперек направления прокатки (концентратор напряжения ориентирован вдоль полос микроструктуры), значение ударной вязкости оказывалось в 2...5 раз меньше, чем для образцов, ориентированных вдоль направления прокатки (концентратор напряжения ориентирован поперек полос микроструктуры).

Уменьшить степень структурной неоднородности можно путем проведения гомогенизирующего отжига стали после кристаллизации. Например, сталь 25Г2С2Н2МА, произведенная с использованием гомогенизирующего отжига, обладала значительно более однородной микроструктурой по сравнению со сталью той же марки, произведенной без использования гомогенизации. Индекс анизотропии стали, рассчитанный по методике ГОСТ Р 54570, составил  $4 \pm 1$  для гомогенизированной стали, а для стали, не подвергавшейся гомогенизации –  $9 \pm 1$  [5].

*Неметаллические включения.* На примере стали 18Х2Н4МА проведен анализ химического состава неметаллических включений, обычно наблюдающихся в низкоуглеродистых конструкционных сталях промышленной выплавки. Установлено, что в машиностроительных сталях присутствуют три основных типа включений: карбонитриды титана (рис. 2 а), имеющие правильную геометрическую форму; оксиды магния и алюминия (рис. 2, б), имеющие округлую форму; сульфиды марганца (рис. 2, в), имеющие строчечную форму.

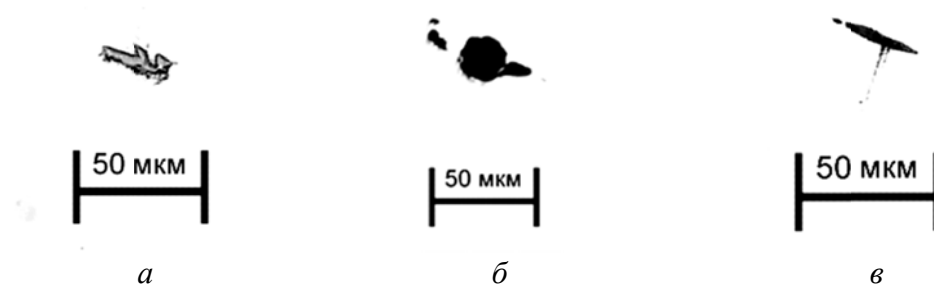


Рис. 2. Неметаллические включения в стали 18Х2Н4МА:  
а – карбонитрид титана; б – оксид магния, алюминия; в – сульфид марганца

Подсчет количества неметаллических включений в стали 18Х2Н4МА на продольном шлифе площадью  $25 \times 25 \text{ мм}^2$  показал, что наиболее часто в стали встречаются включения карбонитрида титана (62,5 % от всех включений). Установлено влияние неметаллических включений на эксплуатационную стойкость машиностроительных деталей. При одинаковом содержании оксидных и сульфидных включений (соответственно 38...40 шт. и 6...10 шт. на  $1 \text{ см}^2$  исследованной площади

шлифа) увеличение количества включений карбонитрида титана в 5 раз (от 40 до 200 шт/см<sup>2</sup>) привело к снижению эксплуатационной стойкости деталей более, чем в 10 раз. Таким образом, включения карбонитрида титана наиболее опасны с точки зрения развития усталостного разрушения вследствие того, что они обладают острыми гранями и углами, являющимися внутренними концентраторами напряжений.

*Дефекты термообработки.* В процессе цементации или нитроцементации происходит насыщение поверхностного слоя стальных деталей углеродом. Отсутствие контроля над углеродным потенциалом атмосферы может приводить к чрезмерному насыщению поверхности углеродом, что зачастую приводит к образованию в поверхностном слое избыточной карбидной фазы в виде тонкой (рис. 3, а) или массивной (рис. 3, б) карбидной сетки по границам зерен. Наличие хрупкой карбидной фазы на границах зерен недопустимо для ответственных машиностроительных деталей, поскольку она значительно понижает вязкость и пластичность металла, что, в свою очередь, приводит к сколам, выкрашиванию поверхностного слоя, облегченному зарождению усталостных трещин.

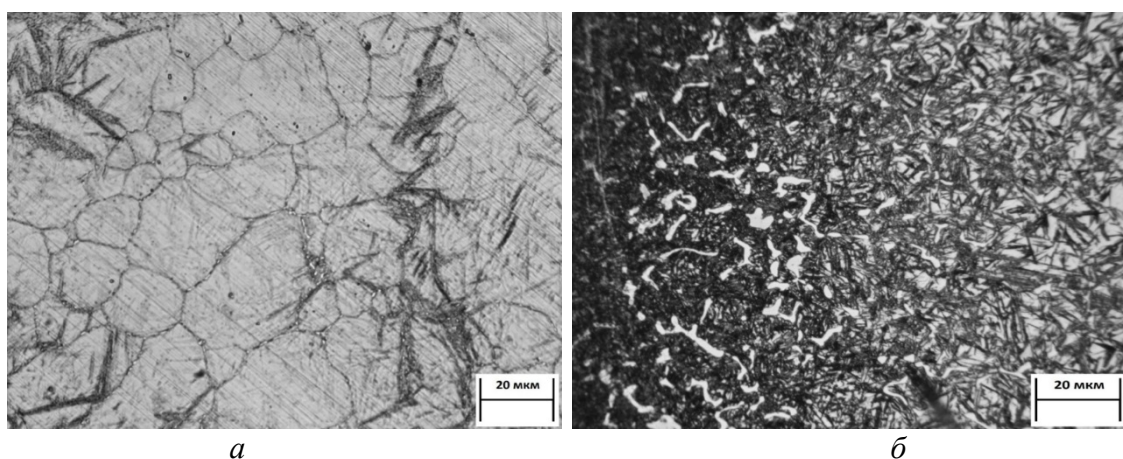


Рис. 3. Избыточная карбидная фаза в структуре поверхностного слоя после цементации стальных деталей: а – сталь 25Х2Н4Мn, тонкая карбидная сетка; б – сталь 18Х2Н4Мn, массивная карбидная сетка

При повышенном содержании углерода в сталях, имеющих в составе более 3 масс. % никеля, после закалки в поверхностном слое может сохраняться значительное количество остаточного аустенита (рис. 4). Высокоуглеродистый остаточный аустенит имеет пониженную твердость (порядка 40 HRC), вследствие чего износостойкость детали будет понижена. Кроме того, при ударных и динамических нагрузках в процессе эксплуатации деталей остаточный аустенит может превращаться в хрупкий высокоуглеродистый мартенсит.

В результате высокотемпературного нагрева под закалку или нормализацию происходит интенсивное обезуглероживание – снижение содержания углерода в поверхностном слое стальной детали. Обезуглероживание приводит к снижению твердости поверхности, а, следовательно, и усталостной прочности металла. В структуре поверхности при этом может наблюдаться феррит и бейнит, а непосредственно вблизи поверхности – зона внутреннего окисления границ зерен.

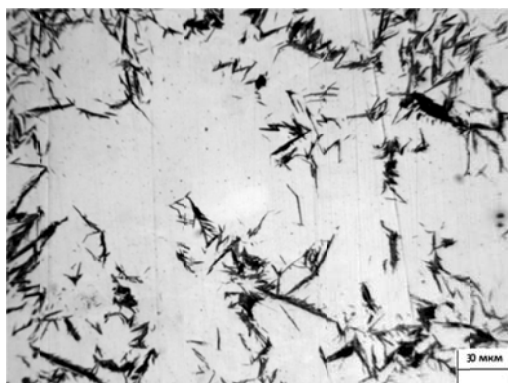


Рис. 4. Остаточный аустенит (светлый) в структуре цементованного слоя детали из стали 18X2H4MA

Обезуглероживание поверхности при наличии зоны внутреннего окисления границ зерен облегчает зарождение и распространение усталостных трещин в процессе эксплуатации, что снижает стойкость и надежность деталей [4].

*Работа выполнена в рамках Гранта Президента РФ для молодых ученых – кандидатов наук МК-7929.2016.8.*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Bhadeshia H. K. D. H. Steels: Microstructure and Properties / H. K. D. H. Bhadeshia, R. W. K. Honeycombe. UK : Elsevier, 2017. 461 p.
2. Łomozikn M. Modern martensitic steels for power industry / M. Łomozikn, M. Zeman, J. Brozda // Archives Of Civil And Mechanical Engineering. 2012. Vol. 12. P. 49–59.
3. Failure analysis of gears, shafts and keys of centrifugal washers failed during life test / A. Lanzutti [et al.] // Engineering Failure Analysis. 2017. Vol. 79. P. 634–641.
4. Майсурадзе М. В. Влияние термической обработки на микроструктуру и механические свойства высокопрочной кремнистой стали / М. В. Майсурадзе, М. А. Рыжков, О. А. Сурнаева // Сталь. 2016. № 6. С. 62–66.
5. Влияние технологии производства на фазовые и структурные превращения кремнийсодержащей стали / М. В. Майсурадзе [и др.] // Сталь. 2017. № 1. С. 52–58.

**М. В. Майсурадзе<sup>1\*</sup>, М. А. Рыжков<sup>1</sup>, А. А. Куклина<sup>1</sup>, А. А. Кареева<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>Уральский федеральный университет имени первого Президента России

Б. Н. Ельцина, г. Екатеринбург

<sup>2</sup>НИТУ МИСиС, г. Москва

\**spirallog@gmail.com*

## МИКРОСТРУКТУРА И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ВЫСОКОПРОЧНОЙ СТАЛИ ВЛ1 ПОСЛЕ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ

Дилатометрическим методом определены критические температуры  $A_{c1}$  и  $A_{c3}$  стали ВЛ1. Исследованы особенности формирования микроструктуры при непрерывном охлаждении от температуры аустенитизации. Построена термокинетическая диаграмма превращения переохлажденного аустенита в интервале скоростей охлаждения 0,1...30 °C/с. Установлена зависимость механических свойств исследуемой стали от температуры отпуска.

**Ключевые слова:** сталь, термическая обработка, термокинетическая диаграмма, механические свойства, микроструктура.

***M. V. Maisuradze, M. A. Ryzhkov, A. A. Kuklina, A. A. Kareeva***

## MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF THE HIGH STRENGTH VL1 STEEL AFTER HEAT TREATMENT

The temperatures  $A_{c1}$  and  $A_{c3}$  of VL1 steel were determined by means of the dilatometric method. The microstructure formed during continuous cooling from the austenitization temperature is studied. A CCT-diagram is plotted for cooling rates 0.1...30 °C/s. The dependence of the mechanical properties of the studied steel on the tempering temperature is obtained.

**Keywords:** steel, heat treatment, CCT-diagram, mechanical properties, microstructure.

Сталь ВЛ1 используется в основном в авиастроении и специальном машиностроении для изготовления крупногабаритных ответственных деталей [1]. Химический состав стали ВЛ1 приведен в табл. 1.

Таблица 1

Химический состав стали ВЛ1, масс. %

C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	W	Cu	S	P
0,26	0,94	1,14	1,76	2,15	0,37	1,11	0,20	0,001	0,007

Критические температуры стали ВЛ1, определенные дилатометрическим методом, составляют:  $A_{c1} = 715 \pm 5$  °С;  $A_{c3} = 900 \pm 5$  °С. В ходе изучения превращения переохлажденного аустенита при непрерывном охлаждении была принята температура аустенитизации 975 °С для более полного растворения карбидных частиц.

Зависимость доли превращения переохлажденного аустенита от температуры для постоянных скоростей охлаждения в диапазоне 0,1...30 °С/с приведена на рис. 1. Установлено, что бейнит в исследуемой стали формируется при скоростях охлаждения 0,1...3 °С/с. При скоростях охлаждения выше 3 °С/с в стали ВЛ1 реализуется только мартенситное превращение. Температура начала мартенситного превращения составляет  $330 \pm 5$  °С.

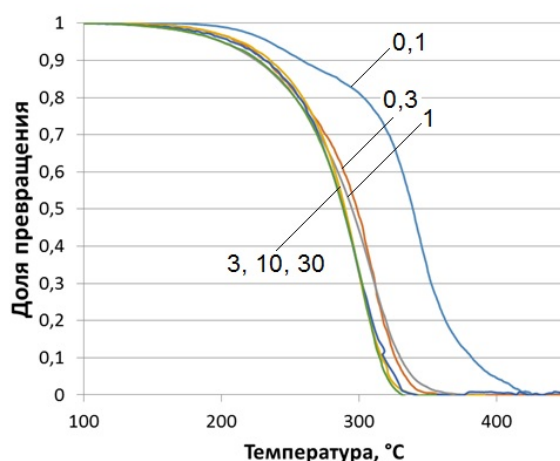


Рис. 1. Зависимость доли превращения аустенита от температуры при непрерывном охлаждении стали ВЛ1 (цифры у кривых – скорость охлаждения в °С/с)

В результате анализа дилатометрических данных и изучения микроструктуры стали ВЛ1, сформированной при непрерывном охлаждении, по методике [2] была построена термокинетическая диаграмма (рис. 2). Как видно из диаграммы, в стали ВЛ1 не наблюдается диффузионного превращения аустенита даже при замедленном охлаждении со скоростями 0,1...0,3 °С/с. Таким образом, сталь ВЛ1 обладает высокой устойчивостью переохлажденного аустенита к превращению по первой ступени и бейнито-мартенситной микроструктурой при охлаждении на спокойном воздухе. Это гарантирует получение высокого уровня механических свойств крупногабаритных деталей после закалки и отпуска.

Для определения прочностных и пластических характеристик образцы стали ВЛ1 подвергали закалке от температуры 975 °С в масле и отпуску в температурном интервале 200...600 °С в течение 3...4 ч. Механические свойства (предел текучести, временное сопротивление

разрыву, относительное удлинение, относительное сужение) определяли по методике ГОСТ 1497–84 (тип III, диаметр рабочей части образца 6 мм).

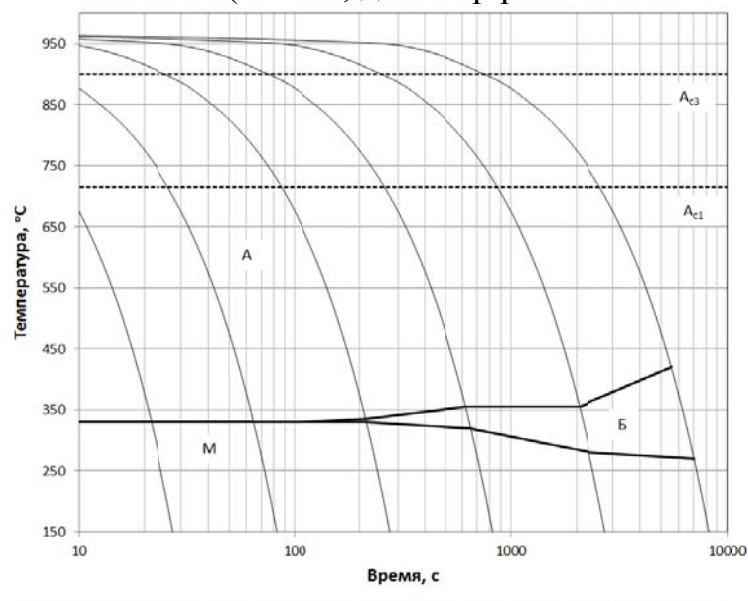
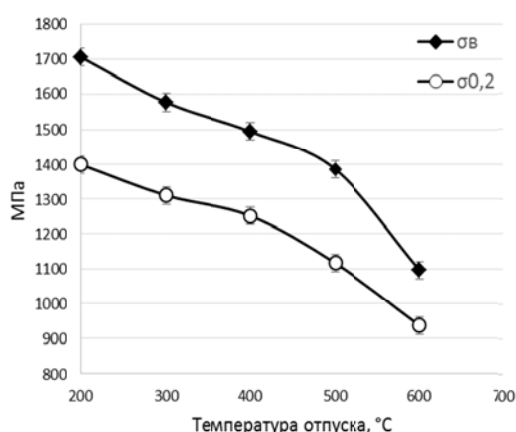
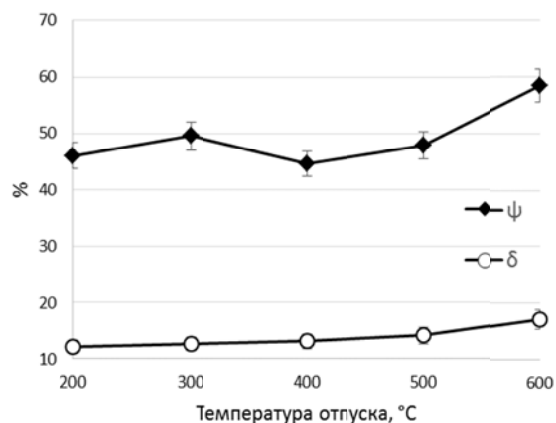


Рис. 2. Термокинетическая диаграмма превращения переохлажденного аустенита стали ВЛ1 в интервале скоростей охлаждения 0,1...30 °C/c (температура аустенитизации 975 °C)

На рис. 3 приведена зависимость механических свойств стали ВЛ1 от температуры отпуска. Как видно, временное сопротивление разрыву стали ВЛ1 снижается от 1700 до 1100 МПа с повышением температуры отпуска от 200 до 600 °C. Относительное удлинение стали при этом возрастает от 11 до 18 %. Отпуск при температуре 400 °C приводит к некоторому уменьшению относительного сужения, что связано с выделением карбидных частиц (рис. 4, б–г).



а



б

Рис. 3. Зависимость прочностных (а) и пластических (б) свойств стали ВЛ1 от температуры отпуска



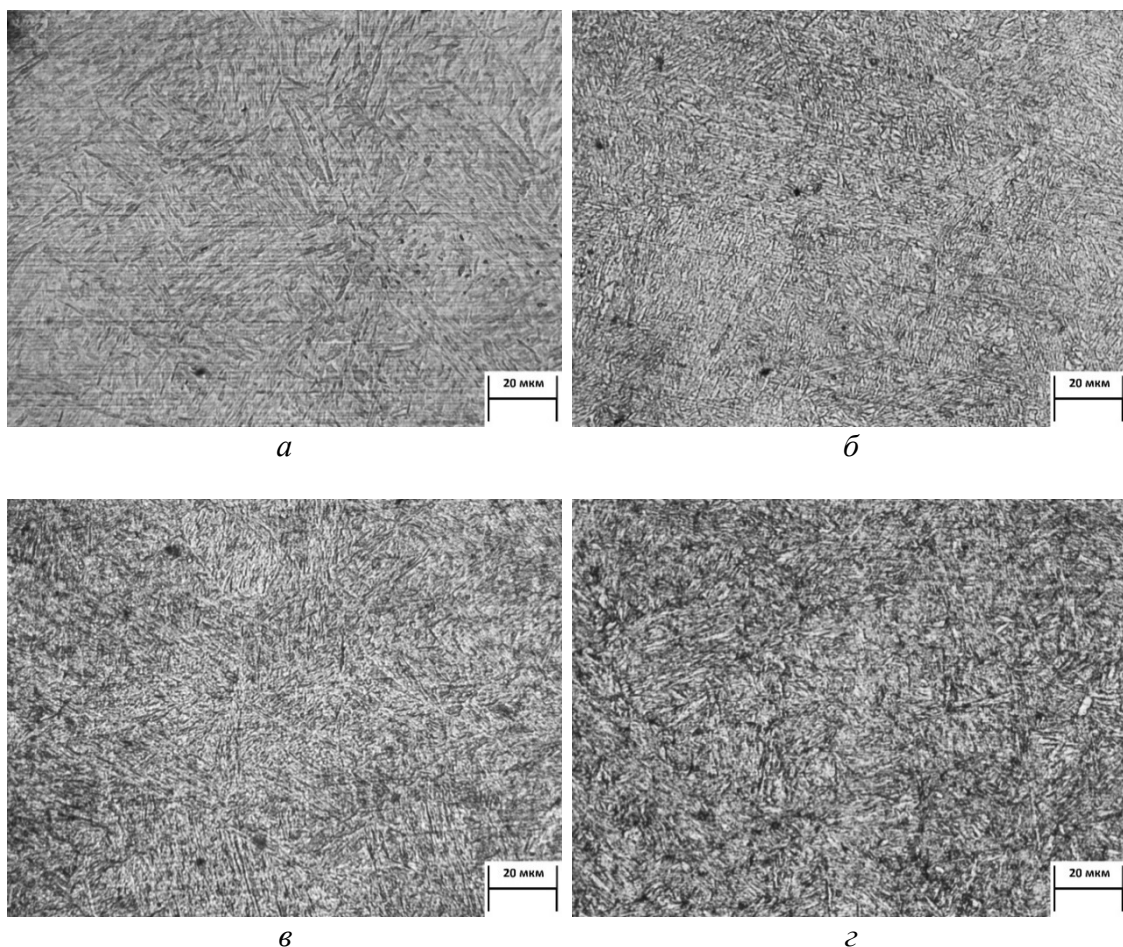


Рис. 4. Микроструктура стали ВЛ1 после закалки в масло от температуры 975 °С (а) и отпуска при температуре 300 °С (б), 400 °С (в), 500 °С (г)

Таким образом, исследуемая сталь ВЛ1 сохраняет высокую прочность вплоть до температур высокого отпуска. Кроме того, выделяющиеся при отпуске мартенсита дисперсные карбидные частицы могут способствовать повышению износостойкости деталей.

*Работа выполнена в рамках Гранта Президента РФ для молодых ученых – кандидатов наук МК-7929.2016.8.*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Жаропрочные сплавы и стали / под ред. Е. Н. Каблова. Москва : ВИАМ, 2010. 60 с.
2. Майсурадзе М. В. Численное моделирование перлитного превращения в стали 45Х5МФ / М. В. Майсурадзе, Ю. В. Юдин, М. А. Рыжков // МиТОМ. 2014. № 9. С. 55–59.

**М. В. Майсурадзе<sup>1\*</sup>, Ю. В. Юдин<sup>1</sup>, А. А. Куклина<sup>1</sup>, А. В. Ли<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>Уральский федеральный университет имени первого Президента России

Б. Н. Ельцина, г. Екатеринбург

<sup>2</sup>НИТУ МИСИС, г. Москва

\**spirallog@gmail.com*

## ИССЛЕДОВАНИЕ БЕЙНИТНОГО ПРЕВРАЩЕНИЯ В ВЫСОКОПРОЧНОЙ ЛЕГИРОВАННОЙ СТАЛИ ПРИ ИЗОТЕРМИЧЕСКОЙ ВЫДЕРЖКЕ

Исследована кинетика изотермического бейнитного превращения аустенита в высокопрочной машиностроительной стали 25Г2С2Н2МА промышленной выплавки. Произведено математическое моделирование кинетики бейнитного превращения в исследуемой стали при помощи уравнения Колмогорова–Джонсона–Мела–Аврами и логистической функции. Изучена формируемая микроструктура стали.

*Ключевые слова:* сталь, термическая обработка, изотермическая выдержка, бейнит, моделирование.

***M. V. Maisuradze, Yu. V. Yudin, A. A. Kuklina, A. V. Lee***

## THE INVESTIGATION OF THE ISOTHERMAL BAINITE TRANSFORMATION IN HIGH STRENGTH ALLOYED STEEL

The kinetics of the isothermal bainite transformation in commercial high strength engineering steel HY-TUF is investigated. A mathematical modeling of the kinetics of bainite transformation is carried out using the Kolmogorov–Johnson–Mehl–Avrami equation and the logistic function. The microstructure of the HY–TUF steel is studied.

*Keywords:* steel, heat treatment, isothermal holding, bainite, modeling.

В последнее время зарубежные производители бурового оборудования широко применяют сталь 25Г2С2Н2МА, используя в качестве термической обработки закалку и высокотемпературный отпуск. Однако, как показали исследования [1–3], после такой термической обработки сталь обладает пониженным уровнем пластичности и вязкости. Для повышения комплекса механических свойств данной стали можно использовать закалку, направленную на формирование бейнитной структуры, сочетающей как высокую прочность, так и высокую вязкость. Для расчетного определения необходимых температурно-временных

параметров такой обработки необходимо построить математическую модель бейнитного превращения.

Химический состав исследуемой стали 25Г2С2Н2МА промышленной выплавки приведен в табл. 1.

Таблица 1

Химический состав стали 25Г2С2Н2МА, масс. %

C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	V	Cu	S	P
0,24	1,42	1,35	0,31	1,71	0,40	0,01	0,16	0,004	0,008

Кинетику изотермического превращения в температурном интервале формирования бейнитной структуры изучали при помощи дилатометра LINSEIS L78 R.I.T.A. Температура аустенитизации была принята равной 925 °С, скорость охлаждения до температуры изотермической выдержки составляла 30 °С/с. Изотермическая выдержка осуществлялась при температуре от 330 до 490 °С в течение 2 ч.

На рис. 1, а приведены зависимости доли превращения аустенита в бейнит от времени выдержки при различных температурах. Установлено, что бейнитное превращение в исследуемой стали до конца не идет. Количество бейнита в структуре стали после приостановки превращения оценивалась металлографическим методом при помощи программного обеспечения. Максимальная доля бейнита наблюдается при температуре изотермической выдержки 370...400 °С и составляет 70...75 %. С повышением температуры выдержки от 370 до 490 °С доля бейнита в стали 25Г2С2Н2МА уменьшается до 8...10 % (рис. 1, б).

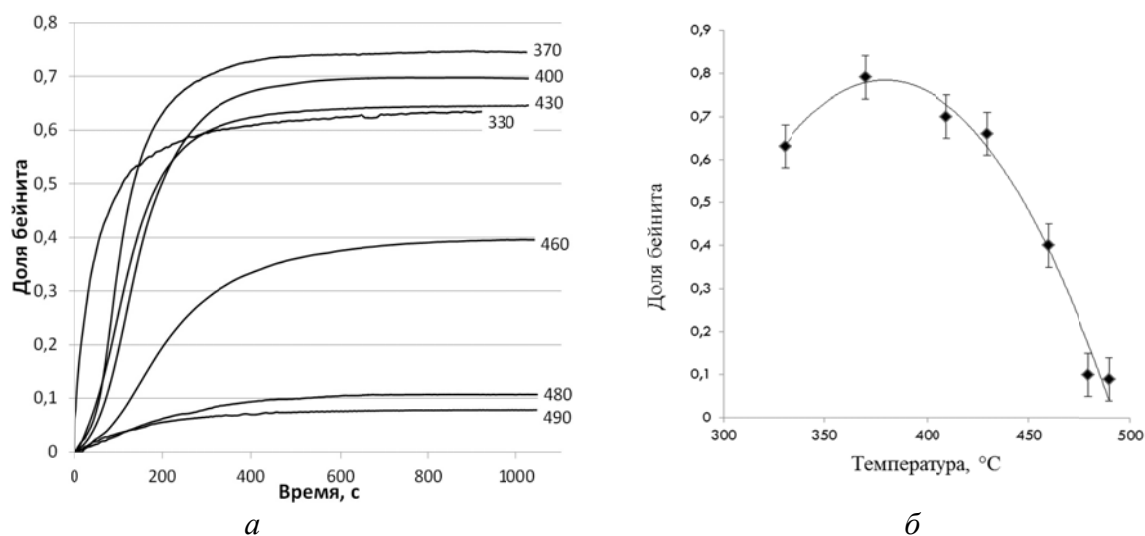


Рис. 1. Экспериментальная кинетика изотермического бейнитного превращения в стали 25Г2С2Н2МА (а) и соответствующая максимально достигаемая доля бейнита в стали при изотермической выдержке (б) (цифры у кривых – температура в °С)

При температуре выдержки 330 °С кинетика образования бейнита отличается от кинетики бейнитного превращения при более высоких температурах. Это связано с тем, что данная температура выдержки находится ниже температуры начала мартенситного превращения ( $M_n = 340$  °С). Образовавшийся при охлаждении до температуры изотермической выдержки мартенсит (35 % согласно дилатометрическим данным) оказывает благоприятное влияние на дальнейшее образование бейнита, являясь готовой подложкой для зарождения и роста пластин бейнита, что также отмечено в работе [4]. Вследствие этого скорость превращения на начальных этапах выдержки при температуре 330 °С оказывается больше, чем при температурах выше  $M_n$ .

Фрагмент изотермической диаграммы превращения аустенита в стали 25Г2С2Н2МА в бейнитной области, построенный на основании данных дилатометрии и металлографии, приведен на рис. 2. При температуре выдержки ниже  $M_n$  наблюдается минимальная устойчивость аустенита, при этом формируется нижний бейнит, имеющий мартенситоподобную пакетную морфологию (рис. 3, а). При повышении температуры выдержки выше  $M_n$  инкубационный период превращения увеличивается и при температуре 400 °С составляет 50 с. В микроструктуре наряду с пакетным нижним бейнитом начинает формироваться гранулярный верхний бейнит (рис. 3, б).

При повышении температуры выдержки до 430 °С инкубационный период превращения снова уменьшается до 35 с. В структуре образуется преимущественно верхний бейнит (рис. 3, в). При дальнейшем повышении температуры выдержки в структуре формируется только верхний бейнит, а его количество уменьшается (рис. 3, г).

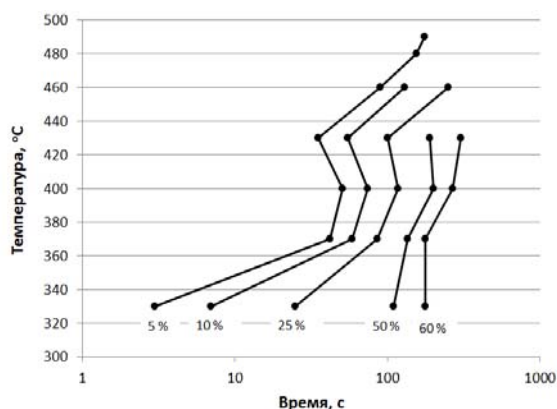


Рис. 2. Фрагмент изотермической диаграммы превращения переохлажденного аустенита в стали 25Г2С2Н2МА в температурном интервале бейнитного превращения

Математическое описание кинетики изотермического бейнитного превращения производили двумя способами: при помощи уравнения КДМА [5] и логистической функции [6]. Установлено, что в

температурном интервале 330...460 °С наилучшее описание экспериментальных данных дает логистическая функция. При этом погрешность описания экспериментальной кинетики превращения уравнением КДМА до 10...15 раз выше, чем при использовании логистической функции. При более высоких температурах изотермической выдержки, когда образуется незначительное количество бейнита (8...10 %) погрешность обоих методов моделирования примерно одинакова.

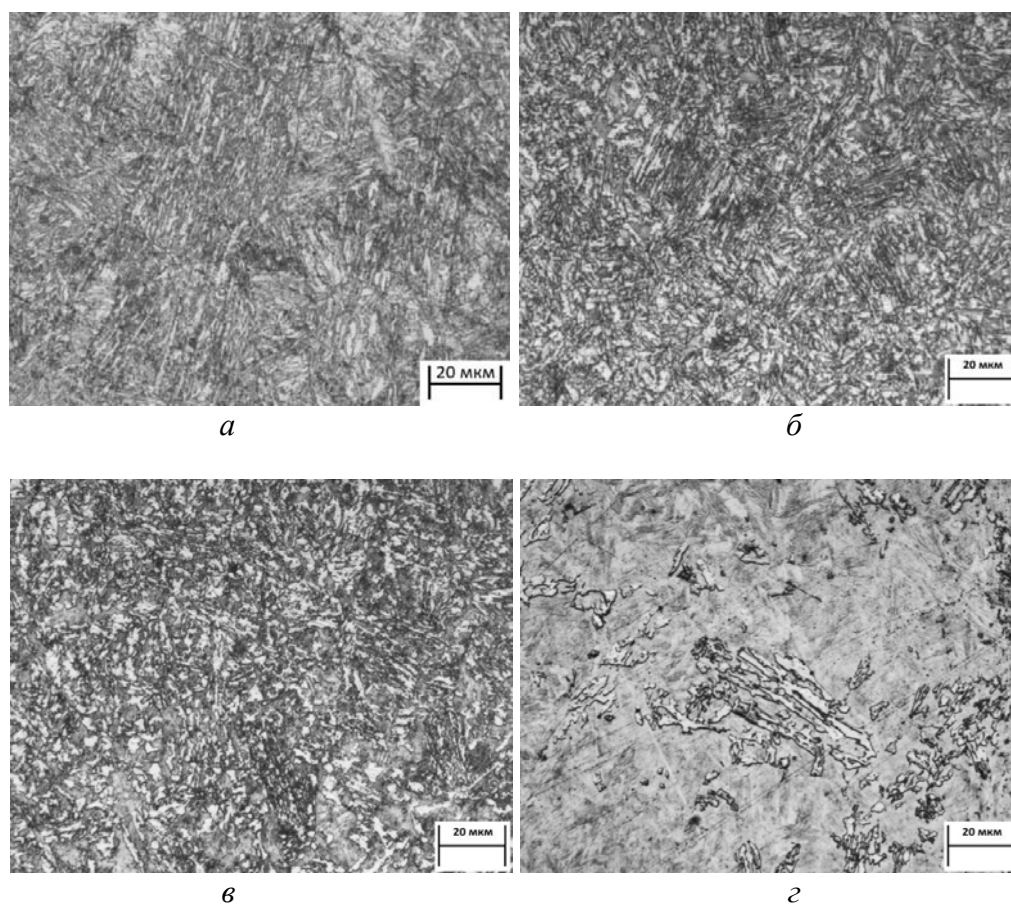


Рис. 3. Микроструктура стали 25Г2С2Н2МА после изотермической выдержки при температуре: *а* – 330 °С; *б* – 400 °С; *в* – 430 °С; *г* – 490 °С

Проведенные исследования позволили определить температурную зависимость коэффициентов логистической функции, описывающей кинетику изотермического бейнитного превращения (рис. 4). Как видно, полученные зависимости носят плавный характер с экстремумом при температуре выдержки 370...400 °С. Наблюдаемый экстремум может свидетельствовать о смене механизма бейнитного превращения (переход от образования нижнего бейнита к формированию верхнего бейнита).

Полученные зависимости, совместно с зависимостью максимальной доли бейнита от температуры выдержки, можно использовать в дальнейшем при численном моделировании термической обработки стали

25Г2С2Н2МА, направленной на формирование структуры с требуемой морфологией бейнита.

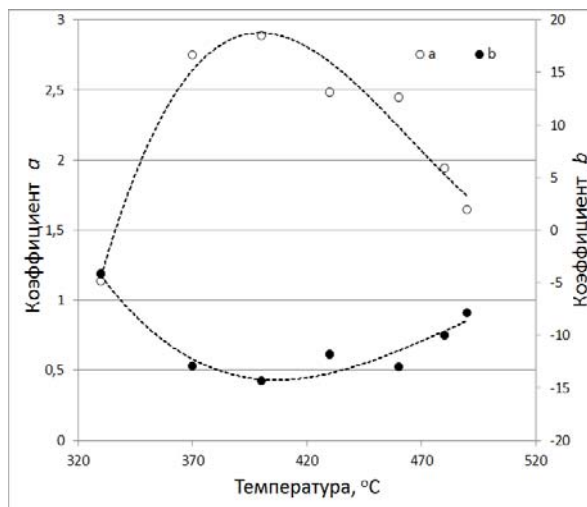


Рис. 4. Температурная зависимость коэффициентов а и b логистической функции для математического описания изотермического бейнитного превращения в стали 25Г2С2Н2МА

*Работа выполнена в рамках Гранта Президента РФ для молодых ученых – кандидатов наук МК-7929.2016.8.*

## ЛИТЕРАТУРА

1. Ударная вязкость буровых долот из высокопрочной стали 25Г2С2Н2МА / М. В. Майсурадзе [и др.] // сб. XV Международной научно-технической Уральской школы-семинара металловедов – молодых ученых. Екатеринбург : УрФУ, 2014. С. 325–326.
2. Майсурадзе М. В. Влияние термической обработки на микроструктуру и механические свойства высокопрочной кремнистой стали / М. В. Майсурадзе, М. А. Рыжков, О. А. Сурнаева // Сталь. 2016. № 6. С. 62–66.
3. Влияние технологии производства на фазовые и структурные превращения кремнийсодержащей стали / М. В. Майсурадзе [и др.] // Сталь. 2017. № 1. С. 52–58.
4. Characterization of bainitic/martensitic structures formed in isothermal treatments below the  $M_s$  temperature / A. Navarro-Lopez [et al.] // Materials Characterization. 2017. Vol. 128. P. 248–256.
5. Avrami M. Kinetics of phase change I. General theory / M. Avrami // Journal of Chemical Physics. 1939. Vol. 7. P. 1103–1112.
6. Юдин Ю. В. Использование логистической функции для описания изотермического бейнитного превращения в конструкционных сталях / Ю. В. Юдин, М. В. Майсурадзе, А. А. Кукина // Сталь. 2017. № 3. С. 52–56.

**М. В. Майсурадзе<sup>\*</sup>, М. А. Рыжков**

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

<sup>\*</sup>*spirallog@gmail.com*

## ПРОЯВЛЕНИЕ СТРУКТУРНОЙ ПОЛОСЧАТОСТИ В СТАЛИ 40ХН2МА ПРИ ИЗОТЕРМИЧЕСКОЙ ВЫДЕРЖКЕ В БЕЙНИТНОЙ ОБЛАСТИ

Проведено исследование микроструктуры стали 40ХН2МА после изотермической обработки в бейнитной области превращения аустенита с разным временем выдержки от 15 до 1800 с. Определена доля образовавшегося бейнита, и построены гистограммы, показывающие соотношение количества бейнита в структурных полосах и вклад полос с различным содержанием бейнита в суммарное количество бейнита в стали. Установлено различие химического состава отдельных полос стали.

*Ключевые слова:* сталь, структурная полосчатость, изотермическая выдержка, бейнит.

***M. V. Maisuradze, M. A. Ryzhkov***

## MICROSTRUCTURE BANDING IN 4340 STEEL AFTER THE ISOTHERMAL TREATMENT IN THE TEMPERATURE RANGE OF BAINITE TRANSFORMATION

The microstructure of 4340 steel is studied after isothermal treatment in the temperature range of the bainite transformation with holding times 15...1800 s. The fraction of the bainite is determined and histograms are plotted showing the amount of bainite in different microstructure bands and the contribution of the bands with different bainite content to the total amount of bainite in the steel. The difference in the chemical composition of individual microstructure bands is obtained.

*Keywords:* steel, microstructure banding, isothermal holding, bainite.

Структурная полосчатость является распространённым дефектом конструкционных сталей. Актуальность изучения данного явления объясняется тем, что анализ различных видов структурной полосчатости, количественное определение степени полосчатости микроструктуры, позволяет обеспечить надлежащий контроль качества изготавливаемой продукции. Объектом исследования является конструкционная легированная сталь 40ХН2МА, химический состав которой приведен в таблице.

Образцы исследуемой стали были нагреты до температуры аустенитизации 860 °С (продолжительность выдержки 40 мин.), после чего были помещены в расплав соли (50 % KNO<sub>3</sub>, 50 % NaNO<sub>3</sub>) с температурой 400 °С. Данная температура соответствует минимальному инкубационному периоду бейнитного превращения в стали 40ХН2МА, согласно данным, приведенным в литературе [1]. Изотермическая выдержка при температуре 400 °С производилась в течение 15...1000 с. После выдержки охлаждение образцов производилось в воде для того, чтобы непревращенный аустенит претерпел мартенситное превращение.

Таблица

Химический состав стали 40ХН2МА, масс. %

C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	Cu	S	P
0,40	0,20	0,54	0,69	1,27	0,18	0,22	0,009	0,011

Количественная оценка доли бейнита в структуре образца в целом и в отдельных структурных полосах производилась при помощи коммерческого программного обеспечения. Для каждого времени выдержки анализировалось не менее 15 полей зрения, на каждом из которых наблюдалось не менее 15...20 структурных полос с различным содержанием бейнита.

Для наглядного представления полученных результатов и оценки изменения кинетики бейнитного превращения в полосах с различной устойчивостью переохлажденного аустенита все полосы с различным содержанием бейнита были упорядочены в вариационный ряд по доле бейнита. Для каждой полосы была определена занимаемая ею площадь на фотографии,  $F_i$ , а также рассчитана ее относительная площадь,  $F_i'$ , по формуле (1):

$$F_i' = F_i/F_0, \quad (1)$$

где  $F_0$  – суммарная исследованная площадь образца (в пикселях).

Впоследствии вариационный ряд, полученный для каждого времени выдержки, был разделен на 10 интервалов по относительной площади, занимаемой полосами. Таким образом, каждый из интервалов охватывал 10 % исследуемой площади образца. Для каждого интервала была определена средняя доля бейнита, содержащаяся в попавших в него полосах.

На рис. 1 приведена микроструктура стали 40ХН2МА после реализации изотермической выдержки при температуре 400 °С в течение различного времени выдержки. С увеличением времени выдержки при



температуре 400 °С средняя доля бейнита в исследуемой стали возрастает от 0,11 до 0,72. При этом в структуре наблюдается существенное различие в количестве образовавшегося бейнита в отдельных полосах. К примеру, в случае выдержки в течение 40 с, в отдельных полосах образуется до 0,85 бейнита, при этом также имеются полосы, в которых доля бейнита не превышает 0,05.

На рис. 2 приведено изменение доли бейнита в зависимости от времени выдержки в интервале 15...60 с. На данном графике представлена кинетика превращения в полосах с максимальной и минимальной устойчивостью переохлажденного аустенита. Как видно, разброс доли бейнита между отдельными полосами составляет 0,01...0,40 для времени выдержки 15 с и 0,07...0,94 для времени выдержки 60 с. То есть с увеличением времени выдержки в интервале 15...60 с наблюдается увеличение разброса доли бейнита в структуре полос исследуемой стали.

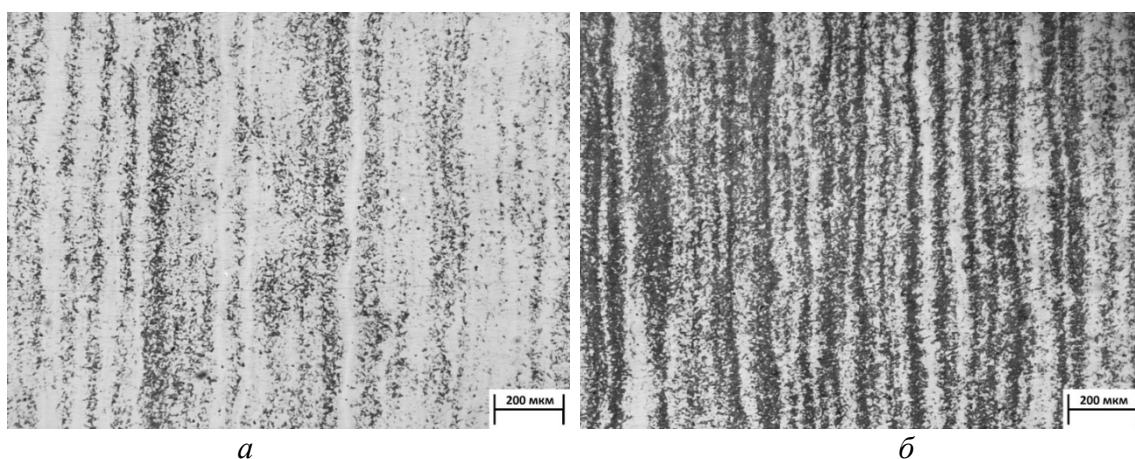


Рис. 1. Микроструктура стали 40ХН2МА после изотермической выдержки при температуре 400 °С в течение 25 с (а) и 40 с (б)

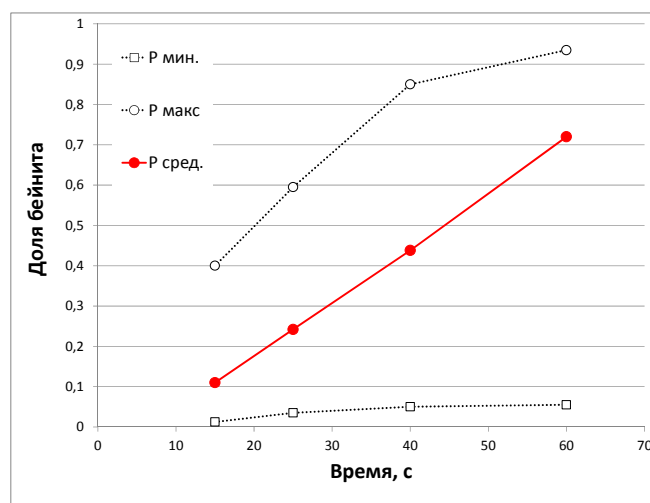


Рис. 2. Изменение доли бейнита в стали 40ХН2МА с течением времени изотермической выдержки при 400 °С

Статистический анализ полосчатой структуры показал, что средняя доля бейнита в стали не соответствует середине интервала разброса доли бейнита при любой продолжительности выдержки. Это связано с тем, что полосы с различным количеством бейнита занимают различную площадь на исследованной поверхности образца. На рис. 3 приведена зависимость доли бейнита от времени выдержки для десяти интервалов относительной площади, занимаемой полосами (P1...P10). Таким образом, каждому маркеру P1...P10 на рис. 3 соответствует 10 % от исследованной площади образца. Как видно, кинетика, соответствующая изменению средней доли бейнита в стали, наблюдается лишь для 10...30 % исследованной площади образца. В остальном объеме образца превращение идет с иной скоростью.

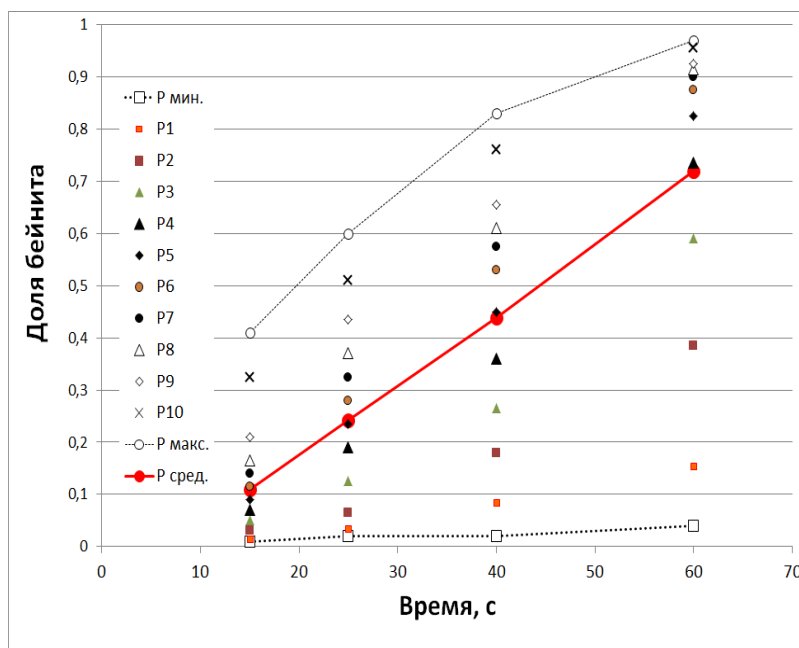


Рис. 3. Изменение доли бейнита в отдельных группах полос стали 40ХН2МА с течением времени изотермической выдержки (каждому маркеру P1...P10 соответствует 10 % от исследованной площади образца)

Был проведен микрорентгеноспектральный анализ полос, содержащих минимальное и максимальное количество бейнита после изотермической выдержки в течение 60 с. Всего было проанализировано 20 полос каждого типа. В результате установлено, что наибольший разброс имеют следующие легирующие элементы: Mn – 0,55...0,95 масс. %; Cr – 0,6...0,9 масс. %; Ni – 1,2...1,5 масс. %; Mo – 0,10...0,45 масс. %. Согласно литературным данным [2–4], в полосах, содержащих повышенное количество марганца и молибдена, также должно содержаться повышенное количество углерода.

Таким образом, на ширину интервала, в котором происходит изменение доли бейнита в отдельных полосах стали с течением времени,

оказывает непосредственное влияние химическая неоднородность, что также было отмечено ранее в работах [2, 3, 5, 6].

Учет влияния химической неоднородности на кинетику протекания превращений в сталях может существенно повысить адекватность расчетных методов моделирования процессов термической обработки изделий.

*Работа выполнена в рамках Гранта Президента РФ для молодых ученых – кандидатов наук МК-7929.2016.8.*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Попова Л. Е. Диаграммы превращения аустенита в сталях и бета – растворах в сплавах титана / Л. Е. Попова, А. А. Попов. Москва : Металлургия, 1991. 503 с.
2. Krauss G. Solidification, segregation, and banding in carbon and alloy steels / G. Krauss // Metallurgical and Materials Transactions B. 2003. Vol. 34. № 6. P. 781–794.
3. Bastien P. G. The mechanism of formation of banded structures / P. G. Bastien // Journal of Iron and Steel Institute. 1957. Vol. 187. P. 281–291.
4. Microstructure and distribution of chemical elements in continuous-cast pipe blank / D. A. Silin [et al.] // Steel in Translation. 2006. Vol. 36. № 4. P. 86–90.
5. Verhoeven J. D. A review of microsegregation induced banding phenomena in steels / J. D. Verhoeven // Journal of Materials Engineering and Performance. 2000. Vol. 9. № 3. P. 286–291.
6. Grange R. A. Effect of microstructural banding in steel / R. A. Grange // Metallurgical Transactions. 1971. Vol. 2, № 2. P. 417–422.

***Е. Е. Химичева<sup>\*</sup>, М. Е. Житлухина***

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

<sup>\*</sup>*e\_khimicheva@mail.ru,*

Научный руководитель – доц., канд. техн. наук *С. В. Беликов*

## **ВЛИЯНИЕ МИКРОЛЕГИРОВАНИЯ РЗМ НА ЗАГРЯЗНЕННОСТЬ КОРРОЗИОННО-АКТИВНЫМИ НЕМЕТАЛЛИЧЕСКИМИ ВКЛЮЧЕНИЯМИ СТАЛИ 13ХФА**

Оценена загрязненность стали 13ХФА по КАНВ, модифицированной лигатурой без добавления РЗМ, и стали 13ХФА, модифицированной лигатурой с добавлением РЗМ, металлографическим методом. Неметаллические включения были изучены с помощью РЭМ и МРСА.

Установлено, что обработка стали редкоземельными элементами приводит к получению неметаллических включений, сложных по строению и составу.

*Ключевые слова:* неметаллические включения, коррозионно-активные неметаллические включения, редкоземельные металлы, сталь, микроструктура.

***Е. Е. Khimicheva, M. E. Zhitlukhina***

## **EFFECT OF RARE EARTH ELEMENTS ADDITION ON NONMETALLIC INCLUSIONS BASED ON CaO AND Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> OF 13HF8 STEEL**

Impurity of 13HF8 steel modified by rare earth elements is estimated using the metallographic method. Nonmetallic inclusions were studied using SEM and X-ray diffraction method. It has been established that the treatment of the steel by rare earth elements leads to the production of nonmetallic inclusions that are complex in structure and composition.

*Keywords:* nonmetallic inclusions, nonmetallic inclusions based on CaO and Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, rare earth elements, steel, microstructure.

В последнее десятилетие произошли коренные преобразования в организации сталеплавильного производства. Именно новые возможности проведения различных процессов рафинирования, в том числе от примесей и неметаллических включений, доведению химического состава металла при внепечной обработке стали позволили выйти на принципиально новый уровень показателей по содержанию вредных примесей, механическим характеристикам, сортаменту, себестоимости. Преобразования привели к принципиальному изменению типов неметаллических включений, присутствующих в готовой металлопродукции. Как правило, они имеют

сложный химический, фазовый состав и строение, которые полностью определяются видом, последовательностью и режимом проведения операций обработки металла [1].

Установлена прямая связь между параметрами стойкости металла против коррозии, морфологией и химическим составом неметаллических включений (НВ). Включения, оказывающие определяющее влияние на процессы коррозии металла, названы коррозионно-активными неметаллическими включениями (КАНВ). Образованию КАНВ способствует использование кальцийсодержащих материалов в процессе внепечной обработки. Необходимость применения кальцийсодержащих материалов вызвана обеспечением разливаемости металла на МНЛЗ.

В то же время проблема КАНВ может быть решена при использовании комплексных модификаторов, включающих РЗМ. Высокая эффективность влияния РЗМ на свойства стали обусловлена их благоприятным воздействием на состав, тип, форму, количество и равномерность распределения образующихся неметаллических включений [2]. Причем содержание кальция соответствует условию:  $[Ca] \leq 0,7[RZM]$ , где  $[Ca]$  и  $[RZM]$  – содержание кальция и редкоземельных металлов соответственно [3].

В качестве материала исследования были отобраны образцы от трех плавов стали 13ХФА, производимой ПАО «СТЗ». Две из которых, были модифицированы лигатурой, содержащей редкоземельные элементы, во время внепечной обработки стали. Содержание Ca и Ce в лигатуре представлено в табличной форме.

Содержание кальция и церия в лигатуре, %

№ плавки	Ca, %	Ce, %
1	0,0012	0,0018
2	0,0011	0,0023
3	0,0011	—

На первом этапе работы металлографическим методом была проведена оценка чистоты по КАНВ непрерывнолитой трубной заготовки из стали 13ХФА различных плавов. Установлено, что КАНВ I и КАНВ II преимущественно располагаются в феррите. На рис. 1 представлено изменение количества КАНВ в плавках. Приближение соотношения Ca к РЗМ к 0,7 приводит к снижению загрязненности стали по КАНВ.

На втором этапе НВ были изучены с помощью РЭМ и МРСА. Это позволило существенно увеличить объем полученной и проанализированной информации. Установлено, что наиболее часто встречающимися НВ в стали 13ХФА, производства ПАО «СТЗ» являются двухфазные, состоящие из сульфида кальция с марганцем и оксида типа магнезиальной шпинели  $MgO \cdot Al_2O_3$  со следами Ca и S. Модифицирование

приводит к тому, что в оксидной и сульфидной составляющей появляются РЗМ.

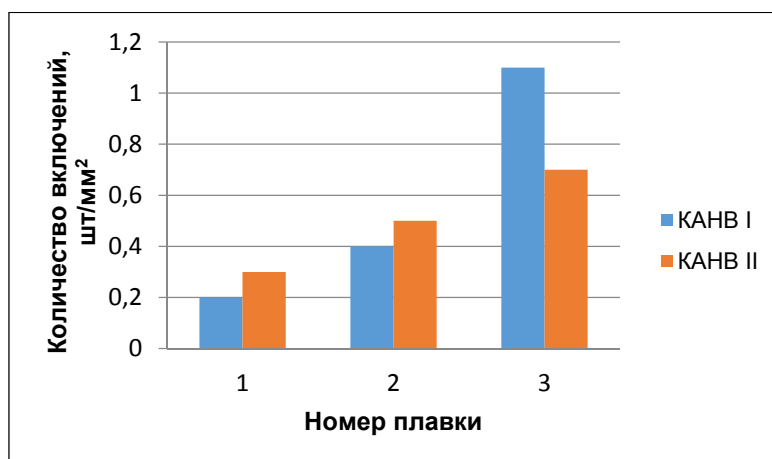


Рис. 1. Распределение КАНВ в НЛЗ стали 13ХФА  
 1 – плавка № 1 (0,0012 % Ca; 0,0018 % Ce; Ca/РЗМ = 0,67),  
 2 – плавка № 2 (0,0011 % Ca; 0,0023 % Ce; Ca/РЗМ = 0,48),  
 3 – плавка № 3, не модифицированная РЗМ

С помощью растрового электронного микроскопа был получен набор карт распределения неметаллических включений различного химического состава на поверхности образцов из стали 13ХФА. Растровый микроскоп позволяет в автоматическом режиме проанализировать большое количество НВ и представить результаты в виде карты распределения НВ.

Кроме размерного фактора, включения отличаются по форме. Определено, что в основном присутствуют округлые, овальные и вытянутые в строчку включения. Введение редкоземельных элементов, способствуют сфероидизации неметаллических включений.

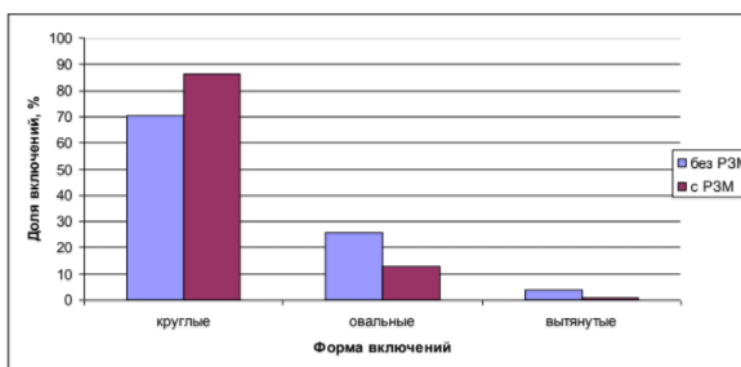


Рис. 2. Распределение включений по форме в стали 13ХФА

При варьировании соотношения Ca/РЗМ от 0,48 до 0,67 изменяется соотношение НВ различных типов от 54 до 80 % (КАНВ II), от 9 до 1 % (КАНВ I), от 37 до 19 % (сульфиды Ca и Mn) соответственно. Установлено, что наилучшее соотношение Ca/РЗМ в стали, позволившее добиться наиболее высокой чистоты по КАНВ составляет 0,67.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Зайцев А. И. Природа и механизмы образования в стали коррозионно-активных неметаллических включений. Пути обеспечения чистоты стали по этим включениям / А. И. Зайцев, И. Г. Родионова, С. Д. Зинченко // Москва : Металлургиздат, 2005. С. 37–51.
2. Кравченко В. М. Повышение эффективности процесса легирования стали элементами с высоким сродством к кислороду и азоту / В. М. Кравченко, Е. Б. Теплицкий, С. В. Семирягин // Труды V конгресса сталеплавателей. Москва : ОАО «Черметинформация», 1999. С. 326–328.
3. Модификатор для углеродистой и низколегированной стали для проката и труб повышенной коррозионной стойкости: пат. 2387727 Рос. Федерация: МПК С22С 35/00, С22С 38/40 / И. Г. Родионова, А. И. Зайцев; заявитель и патентообладатель Общество с ограниченной ответственностью «ВПО Сталь»; заявл. 14.08.2007; опубл. 27.04.10, Бюл. № 12.

**М. Ю. Хмелинин<sup>\*</sup>, А. В. Чукин**

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

<sup>\*</sup> *mikenmelinin@gmail.com*

## ФАЗОВЫЕ ИЗМЕНЕНИЯ ПОВЕРХНОСТНЫХ СЛОЕВ АУСТЕНИТНЫХ СТАЛЕЙ, АЗОТИРОВАННЫХ В ПЛАЗМЕ ЭЛЕКТРОННОГО ПУЧКА

В данной работе изучаются структурные и фазовые особенности поверхностных слоев аустенитной стали, модифицированной ионно-плазменным азотированием при различных температурах с использованием рентгеновской дифрактометрии. Определён фазовый состав образцов, параметры решетки, размеры кристаллитов и остаточные напряжения. Более детально изучена фаза расширенного аустенита (S-фаза) и зависимость концентрации данной фазы от температуры азотирования. Проанализировано влияние дефектов упаковки и остаточных напряжений на смещение положений пиков S-фазы на дифрактограмме.

*Ключевые слова:* рентгеновская дифракция, азотирование, аустенитная сталь, остаточные напряжения.

***M. Yu. Hmelinin, A. V. Chukin***

## PHASE CHANGES IN THE SURFACE LAYERS OF AUSTENITIC STAINLESS STEEL FORMED BY NITRIDING OF ELECTRON BEAM-GENERATED PLASMA

We study structural and phase features of surface layers of nitrogen austenite steel modified by ion-plasma nitriding at different temperatures using X-ray diffractometry. An analysis of the positions of the diffraction peaks was carried out, lattice parameters, sizes of crystallites and residual stresses were detected. The phase of expanded austenite (S-phase) has been studied in detail. The dependence of the concentration of S-phase on the temperature of nitriding was studied. The influence of package defects and residual stresses on the displacement of the positions of the S-phase peaks on the diffractogram was analyzed.

*Keywords:* X-ray diffraction, nitriding, austenitic steel, residual stresses.

Азотирование – это хорошо известный и часто применяемый промышленный метод модификации поверхностных слоев металлов и сплавов [1]. Как правило, при помощи этого метода пытаются повысить прочность и износостойкость материалов с сохранением высокой устойчивости к коррозии. Изменение физических свойств материалов в первую очередь связывают с диффузией атомов азота в поверхностных



слоях и внедрения их в кристаллическую решетку материала с последующим изменением фазового состава. Существуют различные физические и технологические решения, способные обеспечить поступление нужного количества азота в нужном режиме в приповерхностные слои. При этом часть проблемы состоит в определении температурного режима насыщения. В особенности это касается азотирования аустенитных легированных сталей, поскольку насыщение их азотом при температурах превышающих 500°C приводит, как правило, к образованию в поверхностных слоях фаз нитридов легирующих элементов. Само по себе образование таких фаз как, например, CrN или Cr<sub>2</sub>N не уменьшает трибологических свойств или твердости материала, однако, при этом происходит обеднение твердого раствора хромом, что снижает устойчивость материала к коррозии.

Хорошо известно [2], что азотирование аустенитных сталей низкоэнергетическими плазменными пучками способно значительно изменить свойства поверхностей на глубине до десятков микрон при этом температура азотирования не будет превышать 450 °C. Фактически, при этих температурах диффузия хрома уменьшается, так что образование нитридов хрома обычно ингибируется.

Основными способами генерации плазменных пучков являются: тлеющий разряд [3], ВЧ разряды [4], СВЧ [5], дуговой разряд [6] и ионизация газа электронным пучком [7].

Недавно [8] было изучено влияние параметров электронного пучка на толщину и фазовый состав упрочненного слоя, формирующегося при азотировании аустенитной нержавеющей стали 12X18H10T в плазме, создаваемой пучком в азотно-аргоновой смеси низкого давления. При этом фазовый состав поверхностного слоя значительно изменялся в зависимости от температуры обработки.

В аустенитных нержавеющей сталях низкотемпературная обработка азотированием способна создавать модифицированный поверхностный слой, состоящий из метастабильной фазы, известной как расширенный аустенит или S-фаза [1–2]. Эта фаза имеет высокую твердость и очень хорошую коррозионную стойкость. При этом азот находится в составе S-фазы и связан с атомами хрома, что обусловлено особым характером диффузии азота под влиянием ловушек на атомах хрома [2].

Из литературных данных расширенный аустенит известен как фаза с гранецентрированной кубической структурой, однако, положения дифракционных пиков от S-фазы испытывают систематическое отклонение от положения рефлексов идеальной ГЦК решетки. Детальный анализ этих отклонений, проведенный в данном исследовании, показал, что отношение межплоскостных расстояний  $d_{111}$  и  $d_{200}$  дифракционных плоскостей (111) и (200), есть функция температуры азотирования рис. 1.

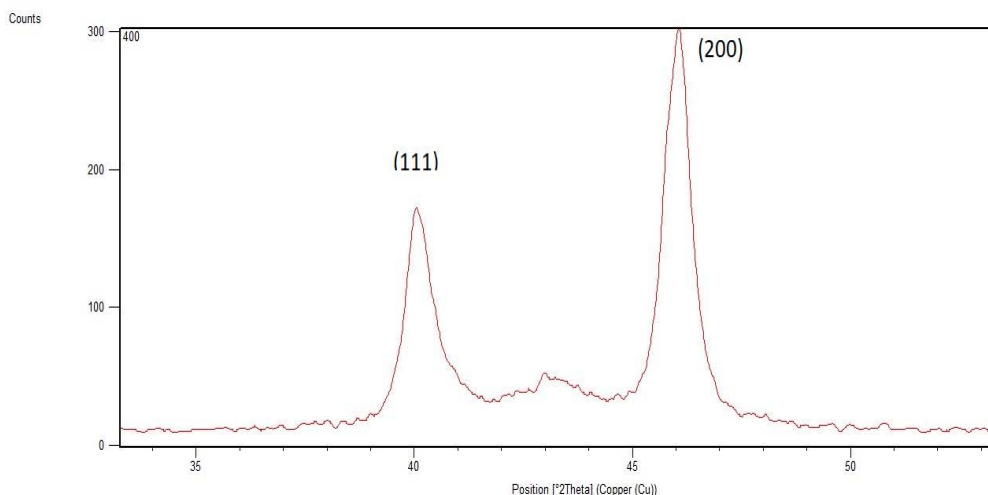


Рис. 1. Фрагмент дифрактограммы образца 400

Для идеальной ГЦК решетки, отношение  $d_{200}/d_{111} = 0.866$ . При 400 °С отношение  $d_{200}/d_{111} = 0.876$ , что близко к ГЦК структуре, но при увеличении температуры азотирования это отношение существенно возрастает. Такое поведение можно было бы объяснить, если предположить, что S-фаза имеет тетрагональную решетку. В этом случае, рассмотренные выше линии будут относиться к плоскостям (011) и (002) соответственно, при этом параметры решетки для образца, азотированного при 400 °С, имеют значения:  $a = 2.73$ ,  $c = 3.96$  ангстрем. Тогда можно ожидать большое количество пиков с отношением  $c/a$  порядка 1.5. Однако ни одного пика с таким отношением обнаружено не было.

Дальнейшие исследования микроструктуры показали, что S-фаза имеет ГЦК решетку, а смещение положений пиков вызвано суммарным влиянием дефектов упаковки и остаточных напряжений. Эти факторы по-разному влияют на положение линии, относящиеся к разным плоскостям, из-за различных констант упругости.

Азотирование обеспечивает формирование твердых, поверхностных слоев небольшой толщины, что приводит к формированию своеобразной морфологии поверхности, на которой наблюдается большое количество границ зерен и дефектов, образованных вследствие пластической деформации сдвига. Причина этих явлений заключается в высоких сжимающих напряжениях, возникающих в азотированном слое вследствие внедрения атомов азота. При этом изменение микроструктуры поверхностного слоя имеет явно выраженный градиентный по глубине характер. Таким образом, возникает задача исследования особенностей кристаллической структуры неоднородного по глубине модифицированного азотом поверхностного слоя аустенитной стали.

Известно, что методы рентгеновской дифрактометрии дают интегральную информацию о фазовом и упруго-напряженном состоянии

вещества в некотором слое глубиной до 100 микрон. При этом использование различной геометрии съемок в сочетании с применением для дифракции не фильтрованное  $K_{\beta}$  излучение позволяет не только контролировать глубину исследуемого слоя, но и управлять ею.

В данной работе методами рентгеновской дифрактометрии исследуются структурные и фазовые особенности поверхности серии образцов аустенитной нержавеющей стали марки 12X18H10T модифицированных ионно-плазменным азотированием при разных температурах.

В частности, показано, что в образце, азотированном при температуре  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$  в поверхностном слое появляется фаза расширенного аустенита (S-фаза), при этом на определенных глубинах дополнительно может возникать небольшое количество мелкодисперсной нитридной фазы  $\varepsilon\text{-Fe}_2\text{-}_3\text{N}$ . С увеличением температуры плазменного азотирования содержание S-фазы в поверхностном слое уменьшается. При  $450\text{ }^{\circ}\text{C}$  к S-фазе добавляется нитридная фаза  $\gamma\text{-Fe}_4\text{N}$ . При  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ , основной фазой становится  $\text{Fe}_4\text{N}$ , при этом дополнительно появляется фаза  $\text{CrN}$  (рис. 2).

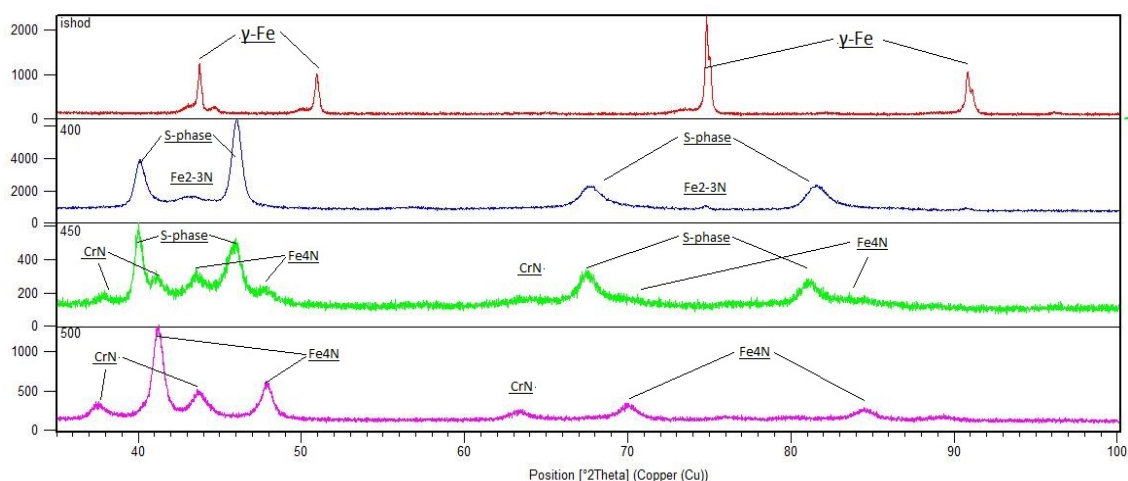


Рис. 2. Дифрактограммы серии образцов

## ЛИТЕРАТУРА

1. Baranowska J. Surface modification of austenitic steel by low-temperature plasma / J. Baranowska, E. Kusiorb, V. Amigoc // Vacuum, 2005. Vol. 78. P. 389–394.
2. Миронов Ю. П. Структура поверхностных слоев никелида титана, сформированных импульсным электронно-лучевым плавлением / Ю. П. Миронов, Л. Л. Мейснер, А. И. Лотков // Журнал технической физики, 2008. Т. 7. С. 118.
3. Beer P. Low temperature ion nitriding of the cutting knives made of HSS / P. Beer, J. Rudnicki, S. Bugliosi // Surf. Coat. Technol. 2005. Vol. 200. P. 146.

4. Kim S. Characteristics of martensitic stainless steel nitrided in a low-pressure RF plasma / S. Kim, J. Yoo, J. Priest // *Surf. Coat. Technol.* 2003. Vol. 163. P. 380.
5. Itagaki N. Electron-temperature dependence of nitrogen dissociation in 915 MHz ECR plasma / N. Itagaki, S. Iwata, K. Muta // *Thin Solid Films*. 2003. Vol. 435. P. 259.
6. Андреев А. А. Азотирование сталей в газовом дуговом разряде низкого давления / А. А. Андреев, В. М. Шулаев, Л. П. Саблев // *ФИП*. 2006. Т. 4. № 3–4. С. 191.
7. Abraha P. Surface modification of steel surfaces by electron beam excited plasma processing / P. Abraha, Y. Yoshikawa, Y. Katayama // *Vacuum*. 2009. Vol. 83. P. 497.
8. Гаврилов Н. В. Зависимость интенсивности износа синтетического алмаза от ориентации кристаллической решетки при традиционной механической обработке / Н. В. Гаврилов, А. С. Мамаев, А. В. Чукин // *Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования*. 2017. № 11. С.61–67.

***О. А. Никитенко<sup>1\*</sup>, П. П. Полецков<sup>2</sup>, Н. В. Концева<sup>1</sup>, Ю. Ю. Ефимова<sup>1</sup>,  
Д. М. Чукин<sup>1</sup>, М. С. Гущина<sup>2</sup>***

<sup>1</sup>Научно-исследовательский сектор ФГБОУ ВО «Магнитогорский государственный технический университет им. Г. И. Носова», г. Магнитогорск

<sup>2</sup>ООО «Термодеформ – МГТУ», г. Магнитогорск

\* *olganikitenko@list.ru*

## **ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ СКОРОСТИ ОХЛАЖДЕНИЯ НА ФОРМИРОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ВЫСОКОПРОЧНЫХ КОМПЛЕКСНО-ЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЕЙ**

Установлены влияние различных скоростей охлаждения на структурно-фазовые превращения, положение критических точек, количественные параметры структуры и твердость, построены термокинетические диаграммы распада при непрерывном охлаждении переохлажденного аустенита в высокопрочных сталях. Даны рекомендации по выбору легирующего комплекса и скорости охлаждения импортозамещающего листового проката, обеспечивающие сочетание высокой прочности и достаточной ударной вязкости после закалки и низкого отпуска.

*Ключевые слова:* высокопрочные стали, исследовательский комплекс Gleeble 3500, термокинетические диаграммы распада переохлажденного аустенита, структура, твердость, ударная вязкость.

***O. A. Nikitenko, P. P. Poletskov, N. V. Koptseva, Yu. Yu. Efimova,  
D. M. Chukin., M. S. Gushina***

## **THE STUDY OF COOLING RATE EFFECT ON THE MICROSTRUCTURE AND PROPERTIES FORMATION IN HIGH-STRENGTH COMBINED-ALLOY STEELS**

The influence of different cooling rates on structural-phase transformation, position of critical points, quantitative parameters of structure and hardness and the thermokinetic diagrams of undercooled austenite decay during the continuous transformation cooling in high-strength steels was established. The recommendations on the choice of alloying complex and cooling rates of the sheet billets, provided a combination of high strength and sufficient toughness after quenching and low tempering were given.

*Keywords:* high-strength steels, research complex Gleeble 3500, thermokinetic diagrams of undercooled austenite decay, structure, hardness, impact strength.

В рамках выполнения комплексного проекта по созданию высокотехнологичного производства, выполняемого по инициативе ОАО «Магнитогорский металлургический комбинат» (ОАО «ММК») с участием ФГБОУ ВПО «Магнитогорский государственный технический университет им. Г. И. Носова» (ФГБОУ ВПО «МГТУ им Г. И. Носова»), разрабатывается инновационная технология производства импортозамещающего листового проката с уникальным комплексом механических свойств: прочность 700–2000 Н/мм<sup>2</sup>, твердость свыше 280 НВ, удлинение не менее 8 % [1–2].

На данный момент актуальным является исследование влияния скорости охлаждения при термической обработке на структурные и фазовые превращения и свойства сталей с различной химической композицией с построением термокинетических диаграмм распада переохлажденного аустенита, что позволит корректировать режимы их термической обработки и обеспечивать требуемый уровень свойств.

Лабораторные эксперименты по выплавке, прокатке и термической обработке опытных образцов высокопрочных сталей с варьированием содержания марганца (изменение на 0,4 %), никеля (изменение на 2,0 %) относительно базового химического состава 0,3C–0,3Si–1,0Mn–1,0Cr–1,2Ni–0,7Mo с микролегированием V, Nb, Ti, В проведены в лабораторном комплексе ООО «Термодеформ-МГТУ».

Комплекс дилатометрических, металлографических исследований и испытаний механических свойств был выполнен в ЦКП НИИ Наносталей при ФГБОУ ВО «МГТУ им Г. И. Носова».

На комплекс Gleeble 3500 образцы стали диаметром 6 мм и длиной 80 мм переводили в аустенитное состояние нагревом в вакууме со скоростью 1 °C/с до 1000 °C/с последующей выдержкой в течение 15 мин. Охлаждение образцов осуществляли со скоростями от 1 до 10 °C/с. Критические точки стали определяли на основе дилатометрических испытаний, которые проводились на модуле Pocket Jaw комплекса.

Для микроанализа из образца по стандартной методике на линии пробоподготовки фирмы Buechler были приготовлены микрошлифы с использованием запрессовки образцов в смолу «Transoptic» на автоматическом прессе Simplimet 1000. Для выявления микроструктуры поверхность шлифа подвергалась травлению в 4 % растворе азотной кислоты в этиловом спирте методом погружения полированной поверхности в ванну с реактивом. Для выявления качественных и количественных характеристик структуры использовался оптический микроскоп Meiji Techno с применением системы компьютерного анализа изображений Thixomet PRO [3]. Микроструктура при увеличениях более 1000 крат исследовалась с помощью сканирующего электронного микроскопа JSM 6490 LV во вторичных электронах.

Полученные опытные образцы высокопрочного листового проката после термической обработки (закалка + низкий отпуск) испытывали на растяжение в соответствии с ГОСТ 1497–84, на ударный изгиб образцов с V-образным надрезом в соответствии с ГОСТ 9454–78; измерение микротвердости проводились по ГОСТ 9450–76.

При малых скоростях охлаждения ( $1\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ ) в микроструктуре стали с повышенным на 0,4 % содержанием марганца наблюдается бейнит, небольшое количество мартенсита и небольшие участки феррита по границам зерен (рис. 1, а).

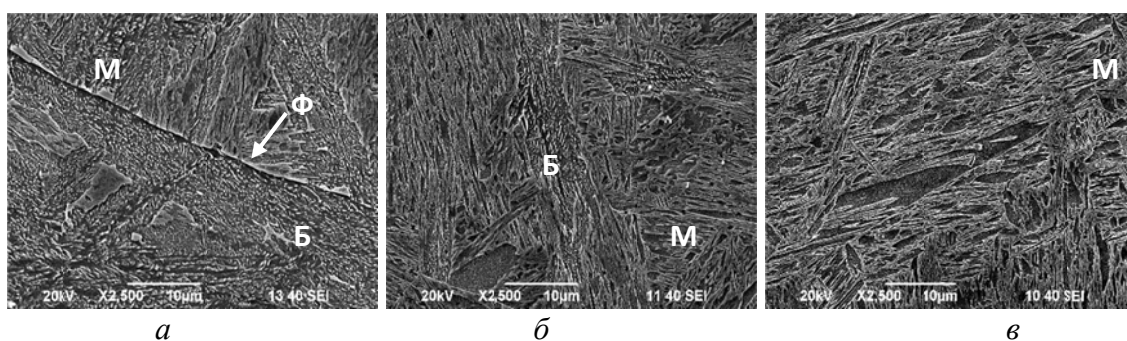


Рис. 1. Микроструктура стали с повышенным содержанием марганца после охлаждения со скоростями  $1\text{ }^{\circ}\text{C/s}$  (а),  $3\text{ }^{\circ}\text{C/s}$  (б) и  $5\text{ }^{\circ}\text{C/s}$  (в)

При скорости охлаждения  $3\text{ }^{\circ}\text{C/s}$  количество бейнита значительно уменьшается, участки феррита не наблюдаются, и преобладающей становится мартенситная составляющая (рис. 1, б). При более высоких скоростях охлаждения ( $5\text{--}10\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ ) микроструктура полностью состоит из мартенсита (рис. 1, в). Микротвердость образца, охлажденного со скоростью  $1\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ , составила 3941 МПа, при скорости охлаждения  $3\text{ }^{\circ}\text{C/s}$  твердость повышается до 5379 МПа, а при скорости  $10\text{ }^{\circ}\text{C/s}$  становится равной 5544 МПа.

На основе анализа результатов комплексного дилатометрического, металлографического анализов и измерения твердости были построены термокинетические диаграммы распада переохлажденного аустенита исследуемых сталей (рис. 2). Установлено, что при охлаждении со скоростью  $1\text{ }^{\circ}\text{C/s}$  распад переохлажденного аустенита начинается с выделения при температурах  $600\text{--}550\text{ }^{\circ}\text{C}$  небольшого количества избыточного феррита (рис. 2, б). При увеличении скорости охлаждения температура начала выделения феррита понижается, а его количество в структуре уменьшается и при скорости охлаждения более  $2\text{ }^{\circ}\text{C/s}$  выделение феррита полностью подавляется. Диффузионной распад аустенита на феррито-карбидную смесь не происходит при всех исследуемых скоростях охлаждения. При скоростях охлаждения от 2 до  $5\text{ }^{\circ}\text{C/s}$  реализуется распад переохлажденного аустенита по промежуточному механизму с образованием бейнита. При этом промежуточное (бейнитное) превращение происходит в интервале

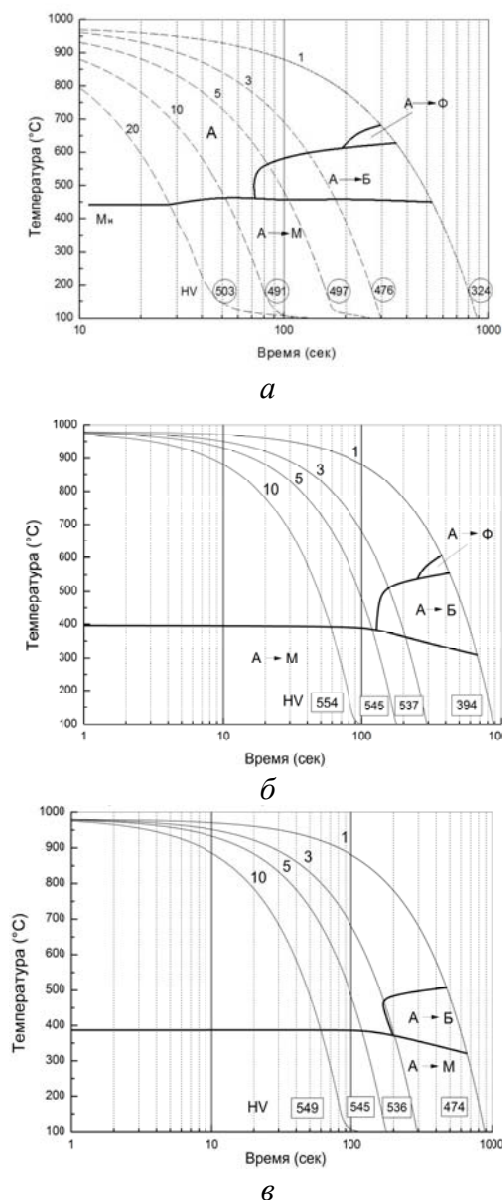


Рис. 2. Термокинетическая диаграмма распада переохлажденного аустенита стали базового химического состава (а), с повышенным содержанием марганца (б) и никеля (в)

3 °C/c в интервале 500–400 °C реализуется превращение переохлажденного аустенита по промежуточному механизму с образованием верхнего бейнита игольчатой морфологии, которое не идет до конца, и в структуре наблюдается мартенсит с небольшим количеством бейнита (рис. 3, а). При скорости охлаждения выше 3 °C/c подавляется также промежуточное превращение, происходит распад аустенита сдвиговым бездиффузионным путем и микроструктура полностью состоит из мартенсита (рис. 3, б, в). Микротвердость образца, охлажденного со скоростью 1 °C/c, составила 3941 МПа, со скоростью 3 °C/c – 5379 МПа и со скоростью 10 °C/c – 5544 МПа.

температур 600–400 °C, не идет до конца, поэтому непревращенный аустенит переохлаждается до температуры Мн и претерпевает бездиффузионное превращение, в результате чего в структуре наряду с бейнитом присутствует мартенсит. При скорости охлаждения более 5 °C/c промежуточное превращение подавляется и сдвиговым бездиффузионным путем и образуется только мартенситная составляющая (рис. 2, б).

Таким образом, дополнительное легирование марганцем приводит к повышению устойчивости переохлажденного аустенита, а верхняя критическая скорость закалки при этом снижается до 5 °C/c по сравнению с критической скоростью закалки базовой марки стали, которая составляет 8 °C/c (рис. 2, а).

Микроструктура стали с повышенным на 2,0 % содержанием никеля после охлаждения с различными скоростями приведена на рис. 3. Уже при малых скоростях охлаждения (1 °C/c) выделение феррита подавлено полностью. При скоростях охлаждения от 1 до



Таким образом, дополнительное легирование никелем также приводит к повышению устойчивости переохлажденного аустенита и значительному снижению критической скорости заковки до 3 °C/с.

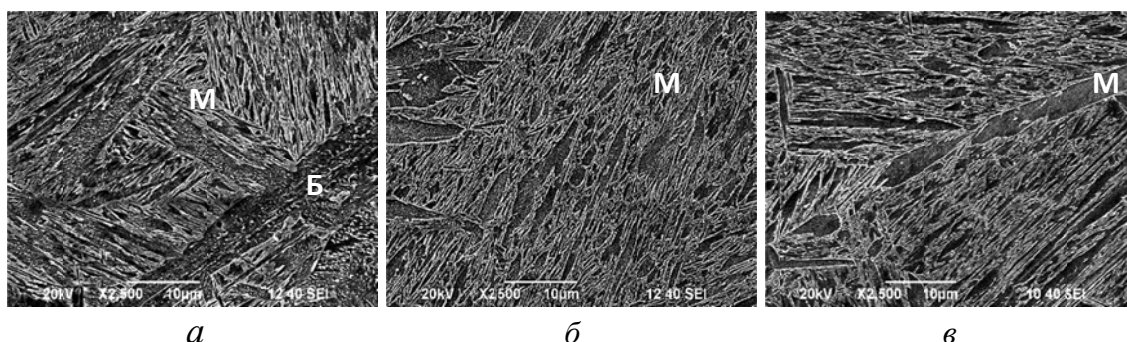


Рис. 3. Микроструктура стали с повышенным содержанием никеля после охлаждения со скоростями 1 (а), 3 (б) и 5 °C/с (в)

Ударная вязкость KCV<sup>-40</sup> базой марки стали составила 38 Дж/см<sup>2</sup>, стали с повышенным содержанием марганца – 35 Дж/см<sup>2</sup>, а никеля – 40 Дж/см<sup>2</sup>.

**Заключение.** Дополнительное легирование стали базового химического состава никелем привело к более значительному повышению устойчивости переохлажденного аустенита, снижению критической скорости заковки и некоторому повышению ударной вязкости по сравнению с дополнительным легированием марганцем.

*Работа проведена при финансовой поддержке Минобрнауки России в рамках реализации комплексного проекта по созданию высокотехнологичного производства, выполняемого с участием российского высшего учебного заведения (договор 03.G25.31.0235), а также базовой части Государственного задания (согл. № 17.1.18.2412.01 от 09.01.2017 г., д.с. №1 от 25.01.2017 г.).*

## ЛИТЕРАТУРА

1. Основные виды и области применения стратегического высокопрочного листового проката // М. В. Чукин [и др.] // Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г. И. Носова. 2014. № 4. С. 41–44.
2. Физическое моделирование процессов производства горячекатаного листа с уникальным комплексом свойств / В. М. Салганик. [и др.] // Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г. И. Носова. 2014. № 3. С. 37–39.
3. Koptseva N. V. Use of the Thixomet pro software for quantitative analysis of the ultrafine-grain structure of low-and medium-carbon steels subjected to equal channel angular pressing / N. V. Koptseva, M. V. Chukin, O. A. Nikitenko // Metal Science and Heat Treatment. 2012. Т. 54, № 7–8. С. 387–392.

***Р. Ф. Муфтахетдинова<sup>1\*</sup>, К. А. Бадеха<sup>1,2</sup>, Е. В. Брусницына<sup>1</sup>,  
Г. А. Яковлев<sup>1</sup>***

<sup>1</sup>Уральский федеральный университет имени первого Президента России  
Б. Н. Ельцина, г. Екатеринбург

<sup>2</sup>Институт геохимии и аналитической химии им. В. И. Вернадского Российской  
академии наук (ГЕОХИ РАН), г. Москва

\*gizrozka91@bk.ru,

Научный руководитель – проф., канд. техн. наук *В. И. Гроховский*

## ПРИМЕНЕНИЕ EBSD-АНАЛИЗА В МЕТАЛЛОГРАФИЧЕСКОМ ИССЛЕДОВАНИИ МЕТЕОРИТОВ

В данной работе исследовалась структура металла метеоритного происхождения с помощью метода дифракции обратно-отраженных электронов (EBSD). Приведены примеры фазового и ориентационного картирования для идентификации фаз и структурных превращений в метеоритном веществе.

*Ключевые слова:* метеориты, структура, фазовые превращения, EBSD анализ.

***R. F. Muftakhetdinova, K. A. Badekha, E. V. Brusnitsyna, G. A. Yakovlev***

## APPLICATION OF EBSD METHOD IN METALLOGRAPHIC STUDY OF THE METEORITES

In this work we investigated the structure of the meteoritic metal using method of electron back-scatter diffraction (EBSD). Examples of phase and orientation mapping technique for identification of phases and structural transformations in a meteorite substance are given.

*Keywords:* meteorites, structure, phase transformations, EBSD analysis.

Металлографические исследования металла внеземного происхождения в Уральском федеральном университете ведутся с 1971 года. Они начинались с изучения металлических фаз в лунном грунте. Для идентификации фаз важно, кроме данных о морфологии и локальном химическом составе, иметь дифракционную картину. Это возможно при регистрации линий Косселя и линий Кикучи. Методом Косселя были определены параметры решетки камасита в частицах лунного грунта, доставленного АМС «Луна-16» и «Луна-20». Зачастую новые аналитические возможности опробываются при исследовании метеоритного металла. В последнюю четверть века новые возможности дали FIB, СТ, наноиндентирование, EBSD, система анализа изображений. Особенно широкие возможности в получении локальной

кристаллографической информации демонстрирует метод EBSD. Первые результаты применения этого метода на метеоритах представлены в работах [1, 2]. В данной работе даны примеры фазового и ориентационного EBSD анализа для идентификации фаз и структурных превращений в метеоритном металле.

Исследования проводились с использованием FE-SEM SIGMA VP и SEM JEOL JSM-6490LV с возможностью EDS и EBSD. Кроме того, была использована программа CaRIne Crystallography 3.1 для получения стереографических проекций и моделирования структуры кристаллов. Объектами исследования были метеориты различного типа: Челябинск (LL5), Сихотэ-Алинь (IIAB), Чинге (Iron, ung), Билибино (IIAB), Алискерово (IIAB).

Метод EBSD имеет широкий спектр применений для изучения различных минералов метеоритного происхождения. Например, идентификация тонких пластин роалдита  $(\text{Fe,Ni})_4\text{N}$  является весьма сложной задачей из-за сходства его морфологии со стержнями рабдитов и линий Неймана, особенно в диапазоне размеров менее 1 мкм. Тем не менее, метод EBSD позволил идентифицировать роалдит в метеорите Сихотэ-Алинь. Фазовая контрастная карта демонстрирует присутствие камасита, рабдита и роалдита (рис. 1, а, б, в). Характер морфологии роалдитов в метеорите Сихотэ-Алинь показал, что после выделения стержней рабдита образовался роалдит [3].

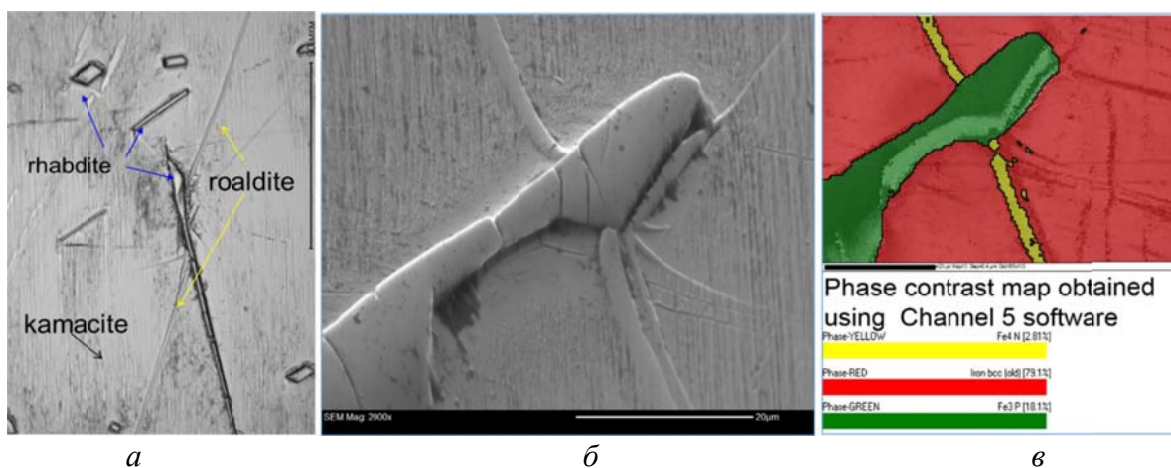


Рис. 1. Идентификация тонких пластин роалдита в метеорите Сихотэ-Алинь:  
а – оптическое изображение зоны с тонкими пластинами роалдита; б – SEM-изображение пересечения тонких пластин роалдита со стержнем рабдита; в – фазовое картирование EBSD соответствующей области

В обыкновенном хондрите Челябинск LL5 проведено сравнительное исследование микроструктурных особенностей в темной и светлой литологиях и выполнена оценка скоростей охлаждения в областях спинодального распада  $\gamma$ -фазы (тетратэнита). В результате исследований удалось найти и идентифицировать с помощью метода EBSD минерал

хаксонит  $(\text{Fe,Ni})_{23}\text{C}_6$  (рис. 2, *а, б, в*). Ранее кубический карбид в железных метеоритах был хорошо описан в работе [4]. В [5] было предложено, что графит и карбиды выделились после окончания кристаллизации.

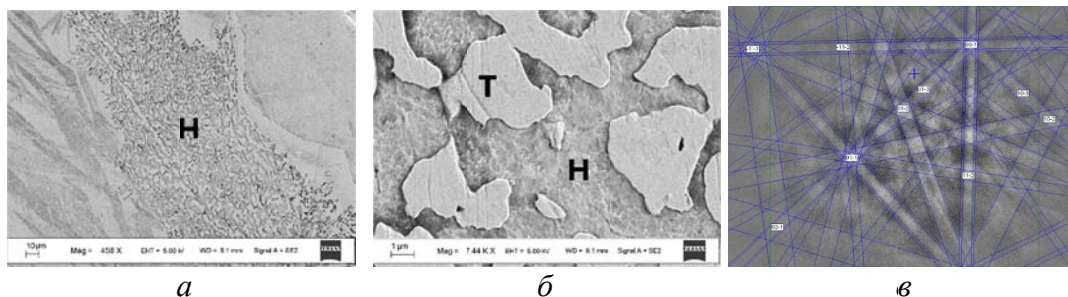


Рис. 2. Идентификация хаксонита: *а* и *б* – снимок РЭМ областей ассоциаций хаксонита (Н) и тэнита (Т) в метеорите Челябинск LL5 при различном увеличении; *в* – наложение наблюдаемых и рассчитанных из моделей линий Кикучи

Кроме того, этот метод позволил предположить механизм образования Шлирен-полос (полосы селективного отражения – ПСО) в атакситах (рис. 3, *а, б*). Каждый исследованный атаксит демонстрирует набор из трех основных ориентаций ОЦК, которые сохраняются и в соседних ПСО, но доминирующая ОЦК ориентация в этих полосах различна (рис. 3, *в*). Доминирующие ориентации ОЦК в полосах Шлирена совпадали с ориентацией камаситовых балок, поэтому ПСО были вытянуты параллельно направлениям структуры Видманштетта. Как и в случае бейнитного превращения, в металле атакситов присутствует остаточная ГЦК-фаза. Выполнение ОС Курдюмова-Закса между ОЦК кристаллами и ГЦК-фазой указывает на последовательность фазовых превращений в плессите. Однако наличие преимущественных ориентировок, в несколько раз доминирующих над остальными, говорит о том, что с реечным мартенситом данную структуру в полной мере связать нельзя. Следуя работе [6], мы предполагаем, что в метеоритном металле произошел процесс, сходный с образованием реечного мартенсита в стали с последующим распадом в области бейнитного превращения. Предполагается следующий механизм реакции:  $\gamma_R \rightarrow \alpha_2 + \gamma_R \rightarrow \alpha' + \gamma_E + \gamma_R$  [7, 8].

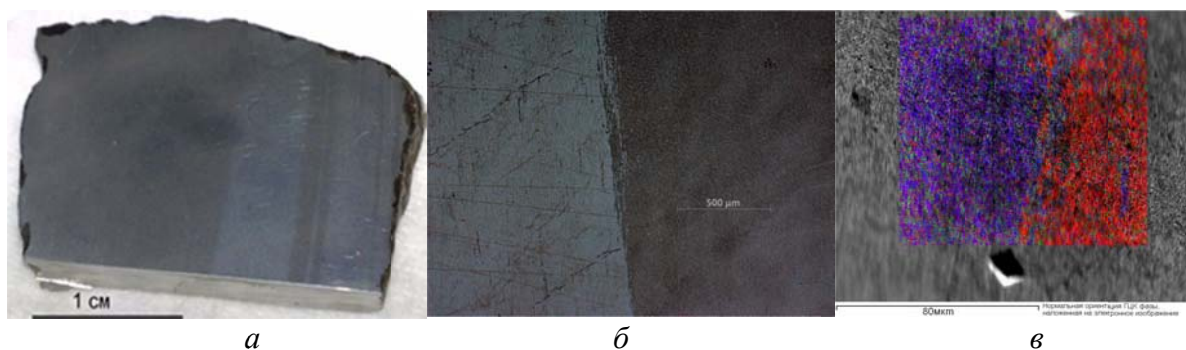


Рис. 3. *а* и *б* – оптическое и SEM- изображения исследуемого образца метеорита Чинге с областями полос селективного отражения; *в* – SEM-изображение с наложенной ориентационной картой



EBSD анализ служит отличным инструментом для решения задач связанных с измерением ориентации без изменения химического и фазового состава. Так, в образцах метеорита Сихотэ-Алинь после ударного нагружения вокруг некоторых рабдитов обнаружены области контактного плавления на границе камацит-рабдит. Концентрация Ni не изменилась по сравнению с исходной матрицей камасита. Анализ EBSD показал разориентацию сформированной каймы вокруг рабдита и самого рабдита. Фазовая карта демонстрирует ГЦК-решетку (рис. 4, *а*, *б*, *с*). Эвтектическая жидкость в этих областях образуется при локальном повышении температуры. Микрорентгеноспектральный анализ (EDS) этих регионов (каймы) показал пониженное содержание фосфора по сравнению с содержанием в рабдите. На фазовых и ориентационных картах была показана поликристаллическая фаза  $\alpha$ -Fe(Ni). В областях контактного плавления после нагревания и быстрого охлаждения образуется перенасыщенный твердый раствор Р в камасите ( $\alpha$ -Fe (Ni,P)) [9].

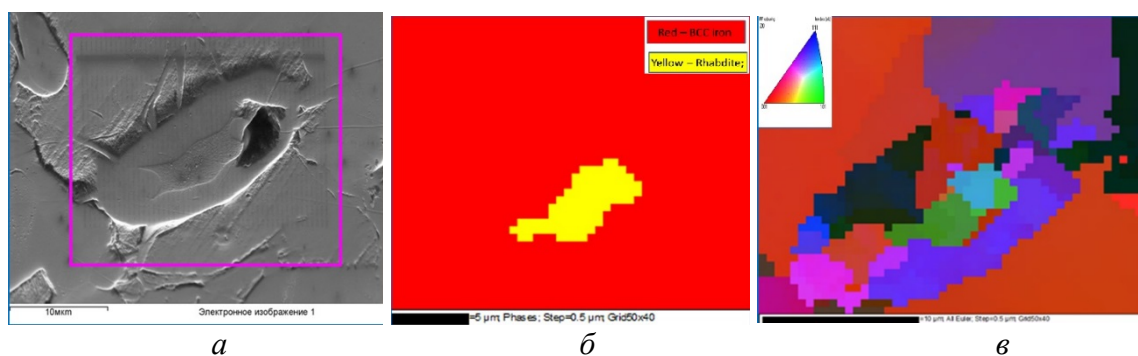


Рис. 4. Исследование зоны контактного плавления: *а* – SEM-изображение зоны контактного плавления; *б* – фазовое картирование EBSD; *в* – ориентационная карта зоны контактного плавления

Структурные превращения на мигрирующих границах, подобные имеющим место в железных метеоритах Билибино и Алискерово, ранее были описаны в каменном метеорите Richardton (H5) [10]. Они наблюдались вблизи межфазной границы металл/силикат и проявлялись в виде незавершенной реакции прерывистого (ячеистого) распада камасита и тэнита. Эти превращения объяснялись повторным нагревом деформированного вещества. Обнаружение незавершенных реакций в железных метеоритах, длительное время находившихся в земных условиях, позволило выявить новый тип структурных изменений, играющих существенную роль в преобразовании метеоритного металла на Земле [11, 12].

Итак, продемонстрированные возможности метода дифракции отраженных электронов являются необходимым и важным инструментом для решения задач изучения кристаллической структуры, морфологии и свойств субмикроскопических продуктов фазовых превращений в метеоритном металле.

*Работа выполнена при частичной поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации (Проекты 5.4825.2017 / 6.7, 5.3451.2017 / 4.6).*

## ЛИТЕРАТУРА

1. Zucolotto M. E. Electron back-scattered diffraction studies of the Barbacena meteorite / M. E. Zucolotto, A. L. Pinto // *Meteoritics and Planetary Science*. 2000. Vol. 35. № 5. P. 180.
2. Zucolotto M. E. A metallographic and EBSD study of the Maria da Fe iron / M. E. Zucolotto, A. L. Pinto // *Meteoritics and Planetary Science*. 2001. Vol. 36. № 9. P. 234.
3. Uymina K. A. Identification and study of roaldite in Sikhote-Alin IIAB using EBSD method / K. A. Uymina, V. I. Grokhovsky, M. S. Karabanalov // *Meteoritics and Planetary Science*. 2010. Vol. 45. № 1. P. 205.
4. Scott E. R. D. New carbide,  $(\text{Fe}, \text{Ni})_{23}\text{C}_6$ , found in Iron Meteorites / E. R. D. Scott // *Nature. Physical science*. 1971. Vol. 229. P. 6–62.
5. Scott E. R. D. Occurrence of carbides and graphite in iron meteorites and origin of C-rich Irons / E. R. D. Scott, J. I. Goldstein // 43rd LPS. 2012. Abstract № 2671.
6. Родионов Д. П. Стальные монокристаллы / Д. П. Родионов, В. М. Счастливцев. Екатеринбург : УрО РАН, 1996. 273 с.
7. Origin of Schlieren bands in Chinga ataxite / V. I. Grokhovsky [et al.] // *Meteoritics and Planetary Science*. 2008. Vol. 43, № 7. P. 50.
8. Badekha K. A. Study of Schlieren bands in the ataxites using EBSD method / K. A. Badekha, V. I. Grokhovsky, G. A. Yakovlev // *Meteoritics and Planetary Science*. 2012. Vol. 46. № S1. P. A49.
9. Gizzatullina R. F. The structural changes in the kamacite-rhabdite boundary regions of shock loaded Sikhote-Alin iron meteorite / R. F. Gizzatullina, V. I. Grokhovsky, G. A. Yakovlev // *Meteoritics and Planetary Science*. 2014. Vol. 49, № S1. P. A137.
10. Grokhovsky V. I. Discontinuous precipitation reactions in  $\alpha$  and  $\gamma$  phases of meteoritic metal / V. I. Grokhovsky, H. J. Axon // *Journal of Materials Science Letters*. 1982. Vol. 1. P. 485–488.
11. Klinger L. Theory of the Kirkendall effect during grain boundary interdiffusion / L. Klinger, E. Rabkin // *Acta Mater*. 2011. Vol. 59. P. 1389–1399.
12. The structure evolution under climatic and microbial terrestrial conditions / G. A. Yakovlev [et al.] // *Meteoritics and Planetary Science*. 2013. Vol. 48. № S1. P. A382.

**Д. Р. Коломеец<sup>\*</sup>, С. Н. Петров, А. А. Зисман**

НИИ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей», г. Санкт-Петербург

<sup>\*</sup>*npk3@crism.com*

## ЭКСПРЕСС-МЕТОД ВОССТАНОВЛЕНИЯ БЫВШИХ АУСТЕНИТНЫХ ЗЕРЕН В БЕЙНИТНЫХ И МАРТЕНСИТНЫХ СТРУКТУРАХ ПО ОРИЕНТАЦИОННЫМ ДАННЫМ EBSD

В настоящей работе предложен упрощенный экспресс-метод восстановления бывших зерен аустенита, основанный на использовании стандартных опций EBSD микроскопа и определенного ориентационного соотношения. Метод был опробован на сталях с мартенситной и бейнитной структурой и позволил восстановить до 90 % границ зерен исходной высокотемпературной фазы, что говорит о его работоспособности.

*Ключевые слова:* стали, фазовые превращения, ориентационное соотношение, EBSD, аустенит, мартенсит, бейнит.

***D. R. Kolomoets, S. N. Petrov, A. A. Zisman***

## FAST RECONSTRUCTION OF PRIOR AUSTENITE GRAINS IN BAINITIC AND MARTENSITIC STRUCTURES IN TERM OF EBSD ORIENTATION DATA

In present work we proposed a method to reconstruct prior austenite grains in high strength steels, making use of standard functions of EBSD microscope and the known orientation relationship. When tested on bainitic and martensitic steels, the method enables restoration of up to 90% of prior austenite grain boundaries.

*Keywords:* steels, phase transformation, orientation relationship, EBSD, austenite, martensite, bainite.

Выявление бывших зерен аустенита в бейнитных и мартенситных структурах является актуальной проблемой, так как конечная (превращенная) структура и связанные с ней свойства существенно зависят от структуры высокотемпературной фазы перед ее полиморфным превращением при охлаждении [1, 2]. Традиционными методами восстановления бывших зерен остаются химическое и электрохимическое травление [3, 4], которые весьма длительны, трудоемки, а также имеют серьезные ограничения из-за токсичности применяемых реактивов. Кроме

того, для решения проблемы используют известные ориентационные соотношения (ОС) между исходной и новой фазой. Каждое ОС предполагает определенную совокупность возможных ориентировок кристаллов новой фазы в пределах общего исходного зерна [5]. Данный подход основан на сложных алгоритмах и расходует значительные вычислительные ресурсы, т. к. учитывает ориентировки во всех точках EBSD сканирования.

В настоящей работе предлагается упрощенный экспресс-метод, не требующий отдельных громоздких вычислений, а использующий стандартные опции программного обеспечения EBSD для восстановления значительной доли (40–60%) границ между бывшими зернами. Они распознаются по характерному угловому интервалу, не содержащему межвариантных разориентировок ОС. Подход иллюстрируется на рис. 1, где показан спектр случайного распределения разориентировок на межзеренных границах аустенита и характеристические межвариантные разориентировки (варианты  $V_i$ ,  $i = 2, 3 \dots 24$ , сравниваются с  $V_1$ ). Величины углов для вариантов  $V_2 \dots V_{24}$  соответствуют экспериментальному ориентационному соотношению [6].

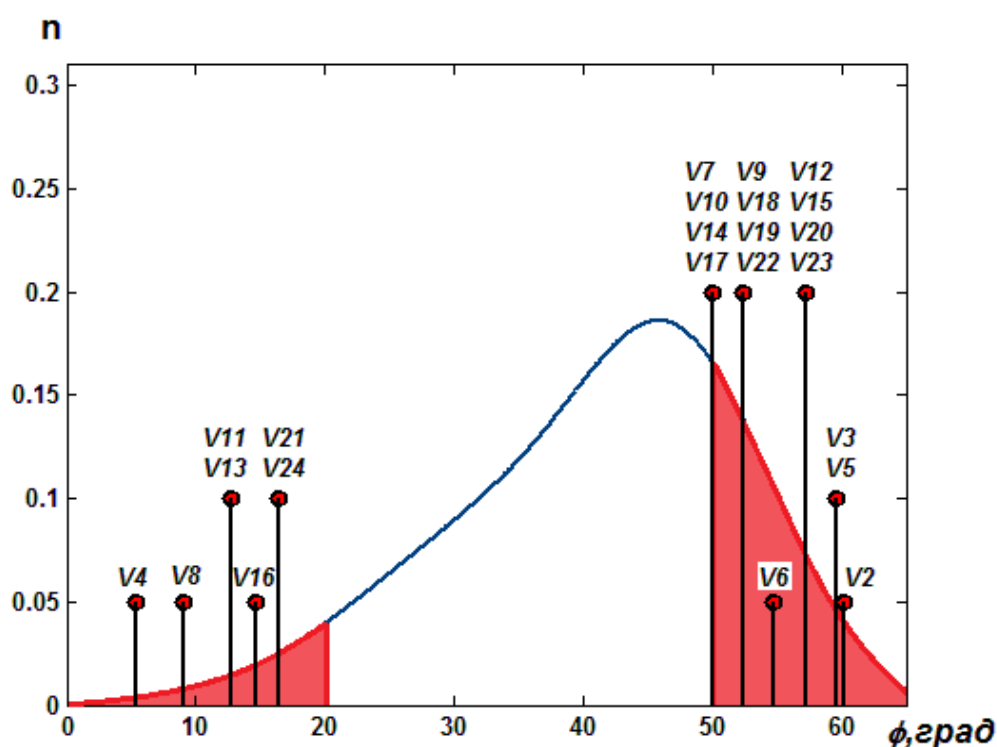


Рис. 1. Спектр кристаллографических разориентировок [6] в  $\alpha$ -фазе между произвольно выбранным первым вариантом  $V_1$  и остальными вариантами  $V_i$ , построенный в предположении их равной вероятности в исходном кристалле  $\gamma$ -фазы. Синяя линия показывает распределение ориентировок  $\gamma$ -фазы



Для достройки выделенных на первом этапе аустенитных границ, один за другим анализируются примыкающие к ним сегменты границ в превращенной структуре. Из каждой пары для достройки (рис. 2) выбирается сегмент, разориентировка на котором максимально отклоняется от ближайшей межвариантной:

$$M = \begin{cases} R_i^{oc} R_{S_j}^{-1} \\ R_i^{oc} R_{S_k}^{-1} \end{cases} \rightarrow \theta_{\max},$$

где  $R_i^{oc}$  – межвариантные матрицы поворота,  $R_{S_j}, R_{S_k}$  – матрицы относительного поворота на  $S_j, S_k$  сегментах,  $\theta_{\max}$  – максимальное угловое отклонение.

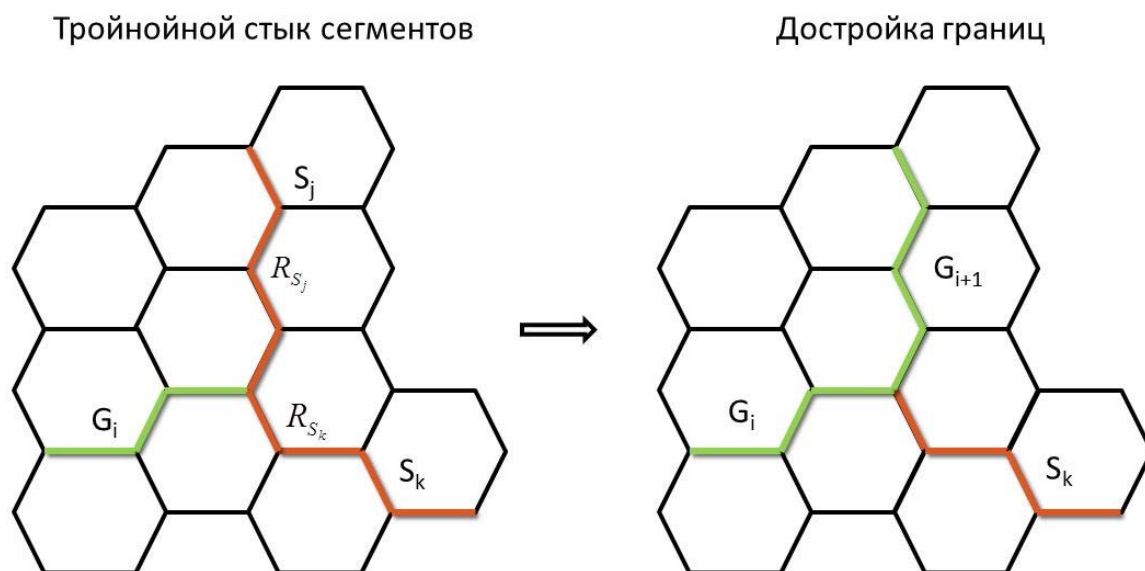


Рис. 2. Схематичное изображение достройки границ зерен аустенита (зеленые линии) из сегментов блочной структуры (оранжевые линии)

Таким образом, с помощью несложных вычислений удастся отобразить бывшие зерна аустенита одновременно с возникшими в них блоками мартенсита или бейнита. Границы, выявленные в низкоуглеродистой мартенситной стали после закалки, хорошо согласуются как с особенностями пакетно-блочной структуры мартенсита, так и с характерной морфологией бывших границ полиэдрических зерен.

*Работа выполнена на оборудовании Центра коллективного пользования НИЦ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей»*

*при финансовой поддержке государства в лице Минобрнауки в рамках соглашения № 14.595.21.0004.*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Leinonen J. I. Superior Properties of Ultra-fine-grained Steel / J. I. Leinonen // Acta Politechnica. 2004. № 44. P. 37–40.
2. Grain refinement in Steels and the Application Trials in China / H. Dong [et al.] // ISIJ Int. 2008. Vol. 48. P. 1126–1132.
3. Metallographic technique for the determination of the austenite grain size in medium – carbon microalloyed steels / A. C. Garci'a [et al.] // Mater. Char. 2001. № 46. P. 389–398.
4. Revealing austenite grain boundaries by thermal etching: advantages and disadvantages / A. C. Garci'a [et al.] // Mater. Char. 2003. V. 49. P. 121–127.
5. EBSD and reconstruction of pre-transformation microstructures, examples and complexities in steels / M. Abbasi [et al.] // Mater. Char. 2001. № 46. P. 389–398.
6. Влияние размера зерна и деформационной субструктуры аустенита на кристаллогеометрические особенности бейнита и мартенсита низкоуглеродистых сталей / Н. Ю. Золоторевский [и др.] // МиТОМ. 2013. № 10. P. 39–48.

**А. А. Чуракова<sup>1,2\*</sup>, Д. В. Гундеров<sup>1,2</sup>**

<sup>1</sup>Уфимский государственный авиационный технический университет, г. Уфа

<sup>2</sup>ФГБУН Институт физики молекул и кристаллов УНЦ РАН, г. Уфа

\* *churakova\_a@mail.ru*

## ТРАНСФОРМАЦИЯ МИКРОСТРУКТУРЫ И ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТЫХ И НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ СПЛАВОВ TiNi ПРИ МНОГОКРАТНЫХ МАРТЕНСИТНЫХ ПРЕВРАЩЕНИЯХ B2-B19'

Проведены комплексные исследования влияния многократных мартенситных превращений B2-B19' на структуру и свойства ультрамелкозернистых и нанокристаллических сплавов TiNi. Показано, что, как и в крупнозернистых (КЗ) сплавах, в ультрамелкозернистых (УМЗ) и нанокристаллических (НК) сплавах TiNi происходят последовательные изменения структуры и свойств, вызванные фазовым наклепом, при увеличении количества термоциклов вплоть до  $n = 100$  с быстрым нагревом и быстрым охлаждением до  $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

*Ключевые слова:* сплавы TiNi, термоциклирование, мартенситные превращения, интенсивная пластическая деформация, фазовый наклеп, нанодвойники.

***A. A. Churakova, D. V. Gunderov***

## MICROSTRUCTURE TRANSFORMATION AND PHYSICAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF ULTRAFINE-GRAINED AND NANOCRYSTALLINE TiNi ALLOYS IN MULTIPLE MARTENSITIC TRANSFORMATIONS B2-B19'

Comprehensive studies on the impact of multiple martensitic transformations B2-B19' on the structure and properties of ultrafine-grained and nanocrystalline titanium-nickel (TiNi) alloys are implemented. It is shown that in coarse-grained, ultrafine-grained and nanocrystalline TiNi alloys consecutive changes in the structure and properties take place, which are induced by phase hardening, when the number of thermocycles increases up to  $n = 100$  with quick heating and quick cooling to  $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

*Keywords:* TiNi alloys, thermocycling, martensitic transformations, severe plastic deformation, phase hardening, nanotwins.

### 1. Введение

Сплавы на основе никелида титана (TiNi) принадлежат к классу функциональных материалов с эффектами памяти формы (ЭПФ), обусловленными термоупругими мартенситными превращениями «B2-

В19'», протекающими в диапазоне температур, близких к комнатным [1–4]. Данные сплавы широко используются в медицине и технике. Известно, что цикл мартенситных превращений (МП) при охлаждении и нагреве приводит к генерации дислокаций в кристаллической решетке. Понимание природы влияния многократных циклов «охлаждения и нагрева» ниже и выше точек мартенситного превращения – термоциклирования (ТЦ) – на структуру и свойства материалов имеет большое значение для сплавов TiNi и изделий из них. В сплавах TiNi, при многократных циклах МП происходит некоторое увеличение плотности дислокаций, что, в свою очередь, сопровождается изменением температур мартенситных превращений и некоторым повышением предела дислокационной текучести сплавов при механическом нагружении [5–7]. Однако для сплавов TiNi термоциклирование не применяется в качестве упрочняющей обработки, но с использованием термо- и механоциклирования возможно «наведение» в TiNi многократного эффекта памяти формы для специальных применений [8–10].

Эффективным способом повышения прочностных и других физико-механических свойств сплавов TiNi является формирование в них ультрамелкозернистой (УМЗ) и нанокристаллической (НК) структур методами интенсивной пластической деформации. Влиянию термоциклирования на структуру и свойства крупнозернистых (КЗ) сплавов TiNi посвящено достаточно большое число работ. Исследования воздействия ТЦ на УМЗ и НК сплавы проводились в ограниченном количестве. Поэтому вопрос установления влияния УМЗ состояния сплавов TiNi на процессы трансформации их структуры и свойств при термоциклировании, выявление роли границ зерен в генерации дислокаций в аустенитной В2-фазе при мартенситных превращениях является актуальным.

## **2. Материал и методы исследования**

В качестве материала исследования был выбран эквиатомный сплав Ti<sub>50</sub>Ni<sub>50</sub> с температурой МП около 80 °С. Для формирования УМЗ структуры закаленные образцы были подвергнуты 8 циклам РКУП (120° при температуре 400 °С). Для получения НК структуры образцы были подвергнуты ИПДК в бойках с «канавкой» (Р = 6 ГПа, n = 5) и последующему отжигу при температуре 350 °С. Термоциклирование на образцах в различных исходных состояниях осуществлялось путем последовательного погружения образцов в жидкий азот (–196 °С) с последующим нагревом до температуры 150 °С, что, соответственно, заведомо ниже и выше температур прямого и обратного мартенситного превращений. Число термоциклов варьировалось от 0 до 100. Анализ микроструктуры сплавов в исходном крупнозернистом (КЗ) состоянии проводили на оптическом микроскопе OLYMPUS GX51. Исследования тонкой структуры проводили методом просвечивающей электронной

микроскопии (ПЭМ) на микроскопе JEOL-2100. Рентгеноструктурные исследования проводили на дифрактометре Rigaku Ultima IV в Cu-K $\alpha$  излучении с длиной волны  $\lambda=1,54418$  Å, съемку проводили при комнатной и повышенной температурах. Микротвердость  $H_v$  определяли по методу Виккерса на приборе Buehler «Micromet-5101». Калориметрические исследования осуществлялись на дифференциальном сканирующем калориметре Netzsch DSC 204 F1 Phoenix на образцах массой 50 мг при охлаждении и нагреве в интервале температур от  $-150^\circ$  до  $150^\circ$  C со скоростью  $20^\circ$  C/мин. Механические испытания на растяжение малых образцов с рабочей частью  $1 \times 0,25 \times 4$  мм проводились при комнатной температуре со скоростью деформации  $1 \times 10^{-3}$  с $^{-1}$  на специальной установке конструкции ИФПМ УГАТУ.

### 3. Результаты экспериментов и обсуждение

В исходном состоянии в сплаве Ti<sub>50</sub>Ni<sub>50</sub> наблюдаются зерна размером около  $200 \pm 10$  мкм с четкими границами и внутренней структурой из пакетов пластин мартенситной фазы. ПЭМ анализ показал, что сплав имеет при комнатной температуре микроструктуру мартенсита с преимущественно пакетной морфологией попарно двойниковых пластинчатых кристаллов B19', представляющих собой двойники  $(1\bar{1}1)$  и  $(011)_{B19'}$  I типа (в целом типичную для бинарных сплавов TiNi). Ширина двойниковых мартенситных пластин ( $h_M$ ) составляет  $85 \pm 15$  нм, границы между кристаллами мартенсита четкие и свободные от дефектов (рис. 1).

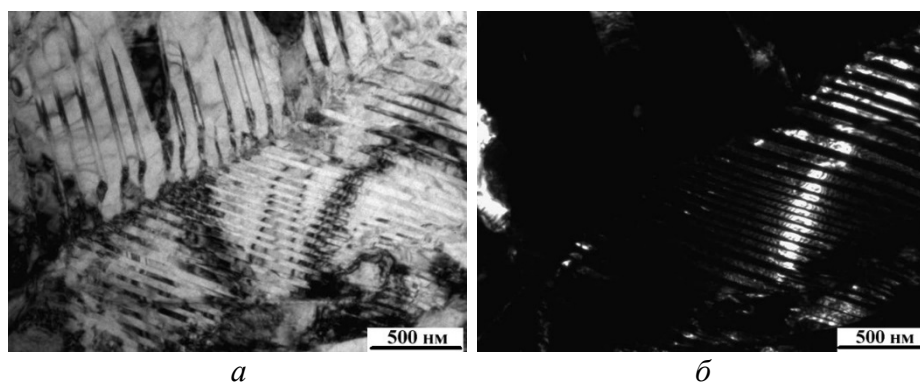


Рис. 1. Типичные ПЭМ изображения микроструктуры B19' – мартенсита сплава Ti<sub>50,0</sub>Ni<sub>50,0</sub> в КЗ состоянии

ТЦ с последовательным увеличением числа циклов приводит к увеличению плотности дислокаций и последовательному уменьшению ширины мартенситных пластин. В состоянии после термоциклирования с максимальным числом термоциклов микроструктура также представляет собой B19'–мартенсит, содержащий двойники  $(011)_{B19'}$  I типа шириной  $60 \pm 5$  нм, внутри которых наблюдаются составные нанодвойники  $(001)_{B19'}$ .

шириной несколько нанометров ( $\sim 10 \pm 1$  нм), образованные в процессе термоциклирования (рис. 2).

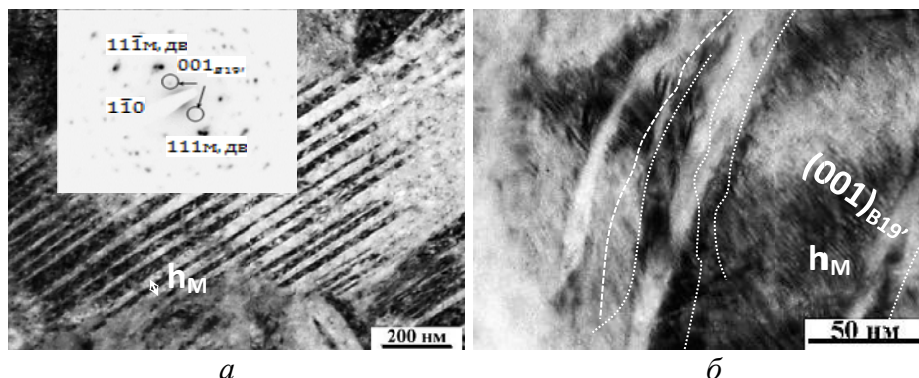


Рис. 2. Типичная микроструктура сплава КЗ  $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{50}$  после 100 термоциклов (а).  
На рис. (б) показаны составные нанодвойники  $(001)_{\text{B}19'}$

В результате ИПДК и отжига при температуре  $350^\circ\text{C}$  в сплаве  $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{50}$  формируется НК структура со средним размером В2-кристаллитов  $\sim 34 \pm 5$  нм. При ТЦ с  $n = 100$  циклов было зафиксировано образование в НК зернах составных нанодвойников  $(001)_{\text{B}19'}$  шириной  $3 \pm 1$  нм (рис. 3).

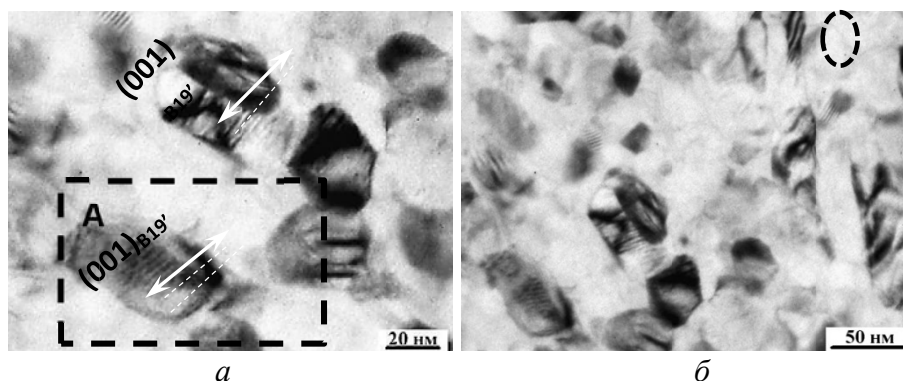


Рис. 3. Типичная микроструктура сплава  $\text{Ti}_{50.0}\text{Ni}_{50.0}$  после ИПДК, отжига при  $T = 350^\circ\text{C}$  1 час и последующего термоциклирования в интервале температур мартенситного превращения с максимальным количеством циклов ( $n = 100$ ) (а). На рис. (б) показаны стрелочками нанодвойники в зернах В2 фазы с участка А

После РКУП структура материала также мартенситная. Размер зерен аустенита по виду пакетов мартенсита составляет около  $600 \pm 30$  нм, внутри которых содержатся пакеты двойников I типа с шириной пластин  $79 \pm 8$  нм. В результате ТЦ наблюдается увеличение плотности дислокаций, и с нарастанием количества циклов происходит последовательное уменьшение ширины мартенситных пластин до  $40 \pm 7$  нм при  $n = 100$ . Калориметрические исследования на сплаве  $\text{Ti}_{50}\text{Ni}_{50}$  показали, что в результате ТЦ и в КЗ, и УМЗ сплаве сначала происходит смещение температур превращений в область более низких, а при

увеличении количества циклов  $n$  от 80 до 100 наблюдается рост температур мартенситных превращений. При ТЦ УМЗ сплава амплитуда изменения температур мартенситного превращения меньше, чем в КЗ, отсюда в УМЗ сплаве температуры более стабильны.

В результате ТЦ в КЗ и УМЗ состояниях наблюдается последовательное увеличение предела текучести, связанное с фазовым наклепом. При этом в УМЗ состоянии повышение предела текучести составляет 185 МПа, что на 67,5 МПа больше, чем прирост  $\sigma_T$  в КЗ состоянии. ТЦ также приводит к монотонному возрастанию предела фазовой текучести и оценочного реактивного напряжения в исследуемых состояниях.

*Данные исследования были частично выполнены при поддержке гранта Российского фонда фундаментальных исследований № 16-38-00242 мол\_а.*

## ЛИТЕРАТУРА

1. Хачин В. Н. Никелид титана: структура и свойства / В. Н. Хачин, В. Г. Пушин, В. В. Кондратьев. Москва : Наука, 1992. 161 с.
2. Brailovski V. Shape memory alloys: fundamentals, modeling, applications / V. Brailovski, S. Prokoshkin, P. Terriault, F. Trochu. Montreal : Ecole de technologie supérieure (ETS) Publ., 2003. 851 p.
3. Shape Memory Materials / ed. by K. Otsuka and C. M. Wayman. Cambridge : Cambridge University Press, 1999. 284 p.
4. Медицинские материалы и имплантаты с памятью формы / В. Э. Гюнтер [и др.]. Томск : ТГУ, 1998. 487 с.
5. Miyazaki S. Effect of thermal cycling on the transformation temperatures of Ti–Ni alloys / S. Miyazaki, Y. Igo, K. Otsuka // Acta metallurgica. 1986. Vol. 34, № 10. P. 2045–2051.
6. Ерофеев В. Я. Фазовый наклеп при мартенситном превращении никелида титана / В. Я. Ерофеев, Л. А. Монасевич, В. А. Павская, Ю. И. Паскаль // ФММ. 1982. Т. 53, № 5. С. 963–965.
7. Миронов Ю. П. Эволюция кристаллической структуры при фазовом наклепе никелида титана / Ю. П. Миронов, П. Г. Ерохин, С. Н. Кульков // Известия вузов. Физика. 1997. № 2. С. 100–104.
8. Furuya Y. Thermal cyclic deformation and degradation of shape memory effect in Ti–Ni alloy / Y. Furuya, Y.C. Park // Nondestructive Testing and Evaluation. 1992. Vol. 8–9, № 1–6. P. 541–554.
9. Lin G. M. Thermal cycling effects in Cu–Zn–Al shape memory alloy by positron lifetime measurements / G. M. Lin, J. K. L. Lai, C. Y. Chung // Scripta Metallurgica et Materialia. 1995. Vol. 32. №. 11. P. 1865–1869.
10. Liang X. Thermal cycling stability and two-way shape memory effect of Ni–Cu–Ti–Hf alloys / X. Liang, Y. Chen, H. Shen, Z. Zhang // Solid State Communications. 2001. Vol. 119. P. 381–385.

УДК 669.14.018.295:621.791.051.6

**М. В. Голубева, Г. Д. Мотовилина, Е. В. Святышева, О. В. Сыч**

«Центральный научно-исследовательский институт конструкционных материалов  
«Прометей» имени И. В. Горынина Национального исследовательского центра  
«Курчатовский институт»

*npk3@crism.ru*

## ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ В СТАЛИ МАРКИ 09ХГН2МД ПОСЛЕ ТЕРМОУЛУЧШЕНИЯ

Проведены исследования структурных изменений в зависимости от режимов высокого отпуска образцов листового проката из новой стали марки 09ХГН2МД. Установлены особенности формирования структуры и карбидообразования, влияющие на уровень механических свойств.

*Ключевые слова:* высокопрочная сталь, высокий отпуск, структура, мартенсит, бейнит, карбиды, механические свойства.

***M. V. Golubeva, G. D. Motovilina, E. V. Svyatysheva, O. V. Sych***

## STRUCTURAL FEATURES OF STEEL 09CrMnNi2MoCu (09HGN2MD) AFTER HEAT TREATMENT

Structural changes depending on high tempering modes rolled plates from the new steel 09CrMnNi2MoCu (09HGN2MD) were investigated. Specific features of the formation of structure and carbide formation affecting the level of mechanical properties are established.

*Keywords:* high-strength steel, high tempering, structure, martensite, bainite, carbides, mechanical properties.

В последние годы для строительства атомных ледоколов, морских средств добычи полезных ископаемых, тяжелонагруженной техники и пр. созданы низкоуглеродистые хромоникельмолибденовые с пределом текучести до 800 МПа [1, 2].

Для широкого класса сталей хромоникельмолибденовой композиции легирования в процессе закалки формируется структура с мартенситом реечного и высокотемпературного нереечного типа, а также с небольшой долей бейнита реечного и гранулярного типа [1, 3, 4]. Определенный интерес представляет проведение исследований структурных изменений в стали с экономным легированием в зависимости от режимов высокого отпуска для достижения требуемого уровня прочности в сочетании низкотемпературной ударной вязкостью.



Целью настоящей работы являлось исследование влияния особенностей формирования структуры в новой высокопрочной хладостойкой стали с суммарным содержанием легирующих элементов Cr, Ni, Cu и Mo не более 3 %.

### Материал и методика проведения эксперимента

Исследования проводились на новой высокопрочной хладостойкой стали марки 09ХГН2МД с Сэкв. ≤ 0,53 %, табл. 1.

Таблица 1

Химический состав стали марки 09ХГН2МД, % масс.

C	Si	Mn	Ni+Cu	Cr+Mo	V+Nb	Al	Ti	Sn	N	S	P
0,09	0,30	0,70	2,20	0,80	0,027	0,04	0,004	0,002	0,006	0,003	0,007

Исследования структуры металла просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ)\* проводили на образцах после термоулучшения – закалка от температуры 950 °С в воду и последующий отпуск в течение 180 минут при температурах 570, 600, 630 и 690 °С.

Подробный анализ структуры проводили с применением просвечивающего электронного микроскопа FEI Tecnai G2 30 S-TWIN, оснащенного рентгеновским энергодисперсионным спектрометром. Образцы в виде тонких фольг исследовали при ускоряющем напряжении 200 кВ. Механические испытания стали на растяжение проводили по ГОСТ 1497–84, на ударный изгиб при температуре –70°С по ГОСТ 9454–78.

### Результаты исследования и их обсуждение

Структурные исследования показали, что в процессе закалки в стали формируется бейнитно-мартенситная структура. Мартенситная составляющая представляет собой дислокационный мартенсит реечного типа (РМ – до 45 %) с прослойками остаточного аустенита ( $A_{ост}$ ) по границам реек и высокотемпературный мартенсит нереечного типа (ВМ – до 25 %) с карбидами цементита самоотпуска внутри кристаллитов. Бейнитная составляющая представлена преимущественно бейнитом реечной морфологии (РБ – до 35 %) с карбидными выделениями по границам реек. В структуре стали также присутствует до 5 % гранулярного бейнита (ГБ) с мелкими карбидами цементита внутри и крупными карбидами вытянутой формы по границам отдельных кристаллитов. По

\* Экспериментальные исследования выполняли на оборудовании Центра коллективного пользования научным оборудованием «Состав, структура и свойства конструкционных и функциональных материалов» НИЦ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей» при финансовой поддержке государства в лице Минобрнауки в рамках соглашения № 14.595.21 0004.

отдельным границам реек в РБ встречаются прослойки мартенситно-аустенитной составляющей, или МА-фазы [5] (табл. 2).

Таблица 2

Результаты структурного анализа образцов после закалки

Характеристика компоненты		Компоненты структуры			
		РМ	ВМ	РБ	ГБ
Объёмная доля, %		40–45 %	20–25 %	30–35 %	2–5 %
Средний размер реек (фрагментов), мкм		0,27	1,62	0,72	1,50
Плотность дислокаций, $\times 10^{14} \text{ м}^{-2}$		21	21	2,8	2,6
Карбиды на границах, нм		300 ( $A_{\text{ост}}$ )	150	210	200
Частицы внутри зёрен	Размер, нм	10	200	–	70
	Об. плотн., $\times 10^{20} \text{ м}^{-3}$	0,01	0,06	–	–

*Отпуск при температуре 570 °С* приводит к снижению плотности дислокаций в мартенситной составляющей (до  $3,1 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$  в РМ и до  $2,0 \times 10^{14} \text{ м}^{-2}$  в ВМ), к росту карбидов самоотпуска внутри кристаллитов ВМ, появлению дисперсных карбидных выделений внутри и протяженных пластинчатых цементитных карбидов на границах отдельных реек РМ, где ранее были обнаружены прослойки  $A_{\text{ост}}$  (рис. 1, а, б). Перестройка бейнитных кристаллитов менее значительна (рис. 1, в, г). При неизменной плотности дислокаций наблюдается формирование крупных карбидов у границ кристаллитов РБ на месте МА-фазы (рис. 1, в). Формирование такой структуры обеспечивает получение в стали предела текучести 795 МПа, относительного удлинения 18,5 % и ударной вязкости при температуре минус 70 °С 140 Дж/см<sup>2</sup>.

*Повышение температуры отпуска до 600 °С* почти не оказывает влияния на плотность дислокаций в мартенсите, но примерно в 1,5 раза снижает её в бейните. За счет усиления диффузии углерода по границам ВМ и на прилегающих к ним границах РМ и РБ образуются множественные карбиды с меньшим средним размером. В РМ наблюдается полигонизация дислокаций внутри реек и диссоциация отдельных незакрепленных карбидами границ. Данные структурные изменения способствуют повышению значений предела текучести до 805 МПа, относительного удлинения до 19,7 % и ударной вязкости при температуре минус 70°С до 167 Дж/см<sup>2</sup>.

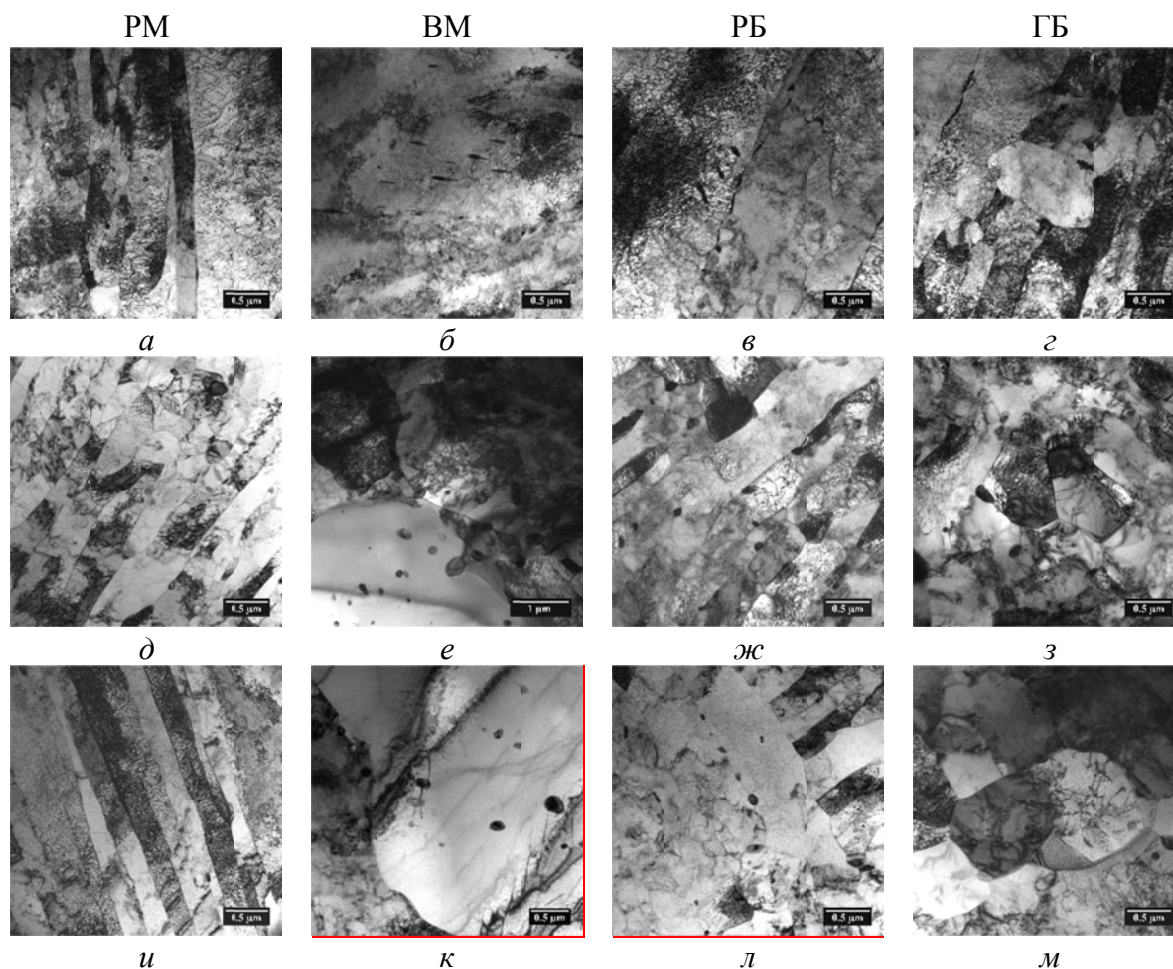


Рис. 1. Структурные составляющие стали марки 09ХГН2МД после закалки от температуры нагрева 950 °С и последующего отпуска при температурах 570 °С (а–в), 630 °С (д–ж) и 690 °С (и–м), где: а, д, и – РМ; б – ВМ; к, о – РМ; в, ж, л – РБ; г, з, м – ГБ

При повышении температуры отпуска до 630 °С на месте отдельных областей дислокационного мартенсита нереечного типа происходит образование и рост областей переотпущенного мартенсита – практически бездислокационных областей  $\alpha$ -фазы, упрочненных карбидами (рис. 1, е). По границам кристаллитов РБ и ГБ образуются множественные карбиды цементитного типа, легированные Mn и Cr (рис. 1, ж, з). Данные структурные изменения приводят к снижению значений предела текучести до 742 МПа, относительного удлинения до 19,2 % и к повышению значений ударной вязкости при температуре минус 70 °С до 180 Дж/см<sup>2</sup>.

При температуре отпуска 690 °С процессы коагуляции и роста карбидов усиливаются (рис. 1, и, к, л, м), а также ускоряются процессы диффузии легирующих элементов (прежде всего Cr и Mn) из матрицы в карбидную фазу. Это приводит к существенному снижению предела текучести до 523 МПа, росту относительного удлинения до 25,3 % и ударной вязкости при температуре испытаний –70 °С до 282 Дж/см<sup>2</sup>.

## Выводы

Проведенные исследования новой экономнолегированной хладостойкой стали показывают, что:

- отпуск при температуре 570 °С приводит к существенному снижению плотности дислокаций в ВМ и РМ и появлению карбидных выделений в РМ на местах, где ранее были обнаружены прослойки  $A_{ост}$ ;

- отпуск при температуре 600 °С приводит к существенному снижению плотности дислокаций не только в мартенситной, но и в бейнитной составляющей, а также к образованию множественных карбидов с меньшим средним размером в РМ и РБ, что обеспечивает получение повышенной прочности, близкой к закаленному состоянию, в сочетании с высокими значениями вязко-пластических характеристик;

- отпуск при 630 °С и выше способствует образованию на месте отдельных областей дислокационного мартенсита практически бездислокационных областей  $\alpha$ -фазы, упрочненных карбидами, и их росту, а также к легированию карбидов цементита Mn и Cr, что приводит к понижению прочностных характеристик при одновременном повышении пластичности и вязкости стали в 1,5 раза.

Проведенные исследования позволяют определить оптимальные параметры отпуска для обеспечения требуемых прочностных и вязко-пластических характеристик в листовом прокате из стали категории прочности 690 (09ХГН2МД).

## ЛИТЕРАТУРА

1. Рыбин В. В. Высокопрочные свариваемые стали / В. В. Рыбин, В. А. Малышевский, Е. И. Хлусова. Санкт-Петербург : Изд-во Политехн. ун-та, 2016. 212 с.
2. Голосиенко С. А. Возможности повышения прочностных характеристик экономнолегированных высокопрочных сталей за счет образования наноразмерных карбидов / С. А. Голосиенко, Г. Д. Мотовилина, Е. И. Хлусова // Вопросы материаловедения. 2010. № 3 (59). С. 52–64.
3. Семичева Т. Г. Процессы карбидообразования и хрупкость при отпуске судостроительной стали / Т. Г. Семичева, Е. И. Хлусова, Л. Г. Шерохина // Вопросы материаловедения. 2005. № 2 (42). С. 69–78.
4. Голосиенко С. А. Влияние структуры, сформированной при закалке на свойства высокопрочной хладостойкой стали после отпуска / С. А. Голосиенко, Г. Д. Мотовилина, Е. И. Хлусова // Вопросы материаловедения. 2008. № 1 (53). С. 32–44.
5. Bhadeshia H. K. D. H. Bainite in steels – Transformation, Microstructure and Properties. 2nd ed.. London : IOM Communications, 2002. P. 450.

**К. И. Луговая<sup>\*</sup>, М. А. Жиякова, Р. И. Петров, А. О. Слукина,  
А. Ю. Жияков**

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

<sup>\*</sup>*k.i.lugovaya@urfu.ru*,

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук *А. А. Попов*

## ИССЛЕДОВАНИЕ ПРОЦЕССОВ УПОРЯДОЧЕНИЯ В СПЛАВЕ Ti–17Al

В работе исследованы процессы образования упорядоченной фазы  $Ti_3Al$  ( $\alpha_2$ -фазы) в сплаве системы Ti–Al в зависимости от режима термической обработки. Также были исследованы некоторые физические свойства сплава Ti–17Al.

*Ключевые слова:* титановые сплавы, упорядочения, интерметаллиды.

***K. I. Lugovaya, M. A. Zhilyakova, R. I. Petrov, A. O. Slukina,  
A. Yu. Zhilyakov***

## INVESTIGATION OF PROCESSES OF ORDERING IN ALLOY Ti-17Al

The processes of formation of the ordered phase of  $Ti_3Al$  ( $\alpha_2$ -phase) in the Ti–Al system alloy are investigated as function of the heat treatment. Some physical properties of the Ti–17Al alloy were also investigated.

*Keywords:* titanium alloys, ordering, intermetallics.

В последние годы интерес к исследованиям титановых сплавов на основе алюминия заметно увеличился. Анализ литературы показал, что выделение в сплаве упорядоченной  $\alpha_2$ -фазы приводит к упрочнению сплава и изменению механических свойств [1, 2]. Чтобы полностью удостовериться в этом, было проведено исследование титанового сплава.

Материалом исследования служил сплав Ti–17Al в литом состоянии. При этом данный сплав находится в области ( $\alpha + \alpha_2$ ) диаграммы состояния.

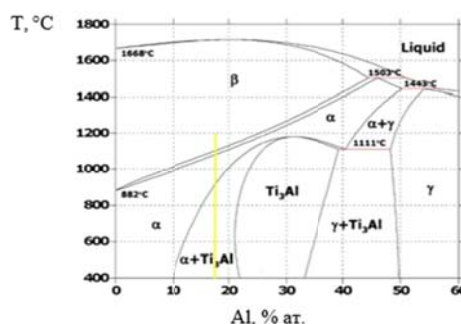


Рис. 1. Диаграмма Ti–Al с нанесенными составами сплавов [3]

Электросопротивление металлов является структурно-чувствительным методом и заметно меняется при изменении фазового состава материалов, в частности, в условиях термообработки. В связи с этим прецизионное измерение электросопротивления является весьма эффективным методом изучения структурного состояния металлов.

В результате эксперимента выявлено, что происходит некоторое понижение относительного электросопротивления в интервале температур от 300 до 580 °С (рис. 2). Предположительно это связано с процессами упорядочения/разупорядочения в  $\alpha$ -твердом растворе. Так как при температуре выше 620 °С наблюдается сильное окисление металла, которое приводит к аномальным пикам на кривой электросопротивления, то анализ проводится до температур порядка 600 °С. Для выяснения причин отклонения изменения  $\Delta\rho/\rho_0$  от линейной зависимости в интервале температур 300...580 °С изучали процессы изотермической выдержки при 500 °С.

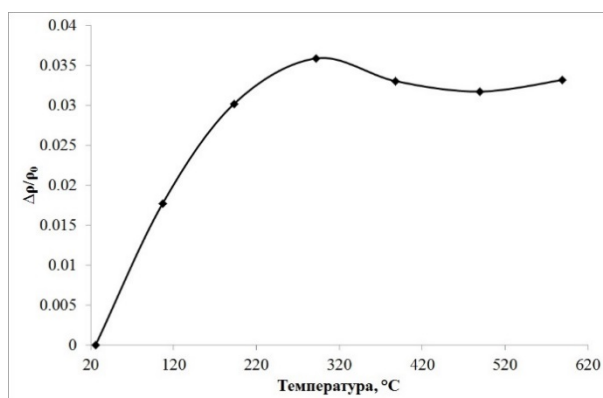


Рис. 2. Кривая электросопротивления сплава Ti-17Al, подвергнутого высокотемпературной обработке при 1200 °С в течение часа с последующим охлаждением на воздухе

В результате старения закаленного образца при температуре 500 °С в течение 10 часов было обнаружено, что в структуре присутствуют дислокационные скопления (рис. 3, а). На электронограммах наблюдаются рефлексy  $\alpha_2$ -фазы, но какие-либо выделения  $\alpha_2$ -фазы в структуре образца не наблюдались. Увеличение времени выдержки старения закаленного образца до 50 часов при данной температуре приводит к формированию дисперсных частиц  $\alpha_2$ -фазы, (рис. 3, б). Дальнейшее увеличение времени выдержки до 100 часов обуславливает как увеличение количества выделяющихся частиц, так и их рост (рис. 3, в, г). Средний размер частиц после такой обработки достигает 30 нм.

Согласно данным работы [4] после низкотемпературной обработки опытных титановых сплавов системы Ti-Al-Sn-Zr-Mo-Si, содержащих до 12,5ат.%Al в отдельных объемах наблюдалось упорядочение по

гомогенному механизму. В то время как, никаких признаков появления антифазных границ, свидетельствующих о гомогенном механизме упорядочения в структуре сплава, закаленного из  $\beta$ -области, даже при длительном старении не обнаружено.

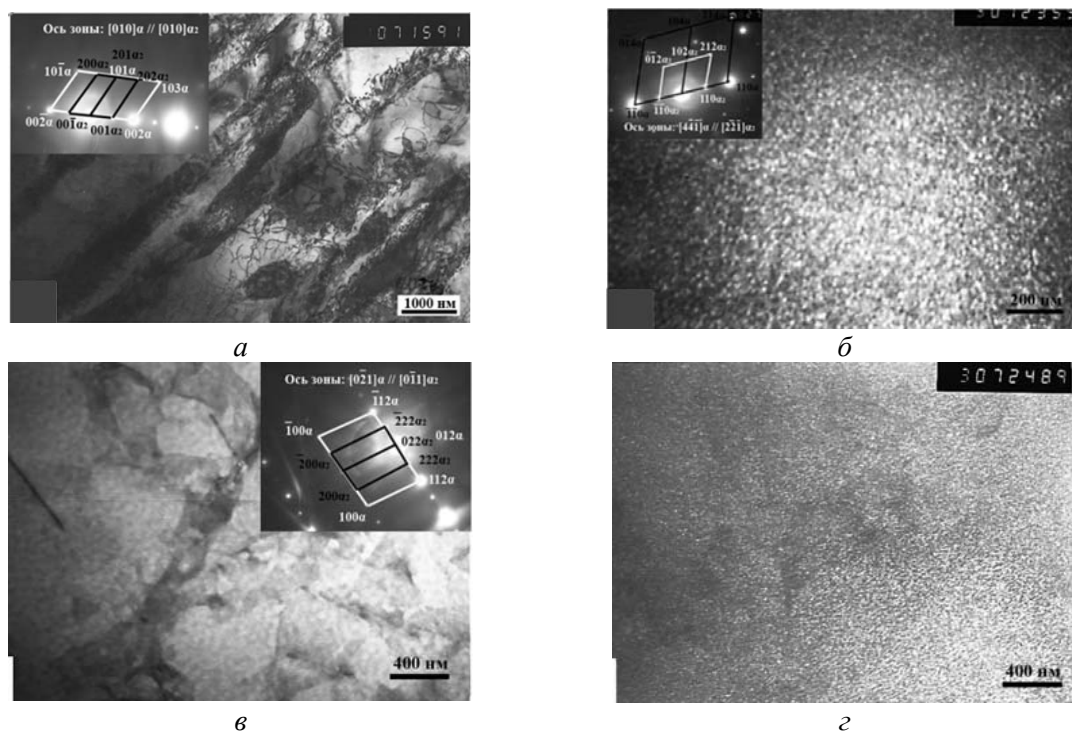


Рис. 3. Микроструктура сплава Ti–17ат.%Al после закалка с 1200 °С и последующего старения при 500 °С в течение: а – 10 ч.; б – 50 ч. (б – темнопольное изображение в свете рефлекса  $101\alpha_2$ ); в, з – 100 ч. (з – темнопольное изображение с «в» в свете рефлекса  $200\alpha_2$ )

*Работа выполнена в рамках гос.задания Минобрнауки РФ (тема Н 977.42Б.037/17).*

#### ЛИТЕРАТУРА:

1. Evans D. J. The role of intermetallic precipitates in Ti-6222S / D. J. Evans, T. F. Broderick, J. B. Woodhouse [et al.] // Materials Science and Engineering. 1996. Vol. 213 (1–2). P. 37–44.
2. Lunt D. Effect of nanoscale  $\alpha_2$  precipitation on strain localisation in a two-phase Ti–Alloy / D. Lunt, T. Busolo, X. Xu [et al.] // Acta Materialia. 2017. Vol. 129. P. 72–82.
3. Venkatesh B. D. Effect of heat treatment on mechanical properties of Ti–6Al–4V ELI alloy / B. D. Venkatesh, D. L. Chen, S. D. Bhole // Materials Science and Engineering. 2009. Vol. 506. P. 117–124.
4. Popov A. A. The effect of alloying on the ordering processes in near-alpha titanium alloys / A. A. Popov, M. A. Popova, N. G. Rossina // Materials Science and Engineering. 2013. Vol. 564. P. 284–287.



**И. Н. Кириллова<sup>\*</sup>, Р. М. Шамсутдинов, С. Л. Демаков**

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

<sup>\*</sup>*kirillovairine@mail.ru*

## ФАЗОВЫЙ СОСТАВ СПЛАВА Co–10Al–9W

В работе приведены результаты теоретического расчета фазовой диаграммы тройной системы Co–Al–W с использованием программного обеспечения Thermo-Calc Software, а также металлографических и рентгеновских исследований образцов сплава Co–10Al–9W после различных режимов обработки.

*Ключевые слова:* кобальтовые сплавы, микроструктура, фазовая диаграмма.

***I. N. Kirillova, R. M. Shamsutdinov, S. L. Demakov***

## PHASE COMPOSITION OF THE Co–10Al–9W ALLOY

The calculation phase diagram of the Co–Al–W system was carried out by the Thermo-Calc Software. Metallographic and X-ray investigations of the Co–10Al–9W alloy samples after different thermomechanical treatments are performed.

*Keywords:* cobalt alloys, microstructure, phase diagram.

Сплавы системы Co–Al–W рассматриваются как перспективные жаропрочные материалы, прочностные свойства которых не уступают никелевым сплавам. Жаропрочность кобальтовых сплавов системы Co–Al–W обусловлена выделением плотноупакованной  $\gamma'$ -фазы, диапазон температур существования которой не определен, поскольку существующие изотермические разрезы диаграммы состояния относятся в основном к высокотемпературной области (выше 900 °C) [1–4]. Данные о фазовом составе при низких температурах противоречивы, отсутствует информация о влиянии термомеханической обработки на процессы фазовых превращений. Целью исследования было изучение влияния термической и термомеханической обработки на фазовый состав сплава системы Co–Al–W в низкотемпературной области.

Материалом послужил фрагмент слитка, полученный вытягиванием из расплава. Химический состав сплава: 81 ат.%Co–10 ат.%Al–9 ат.%W. Режимы обработки образцов приведены в табл. 1. Исследование фазового состава образцов проводилось методом растровой электронной микроскопии, рентгеноструктурного фазового анализа и путем проведения



термодинамического расчета с использованием программного обеспечения Thermo-Calc Software.

Таблица 1

Режимы обработки исследуемых образцов

Номер образца	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Температура закалки, °C	1050										
Холодная деформация (осадка 10 %) (ХД)	–	–	–	–	–	–	–	+	+	+	+
Низкотемпературный отжиг (НТ), °C	650	–	–	–	650	650	650	650	650	650	650
Высокотемпературный отжиг (ВТ), °C	–	800	850	900	800	850	900	–	800	850	900

На рис. 1 представлены диаграммы, полученные при помощи программного обеспечения Thermo-Calc Software.

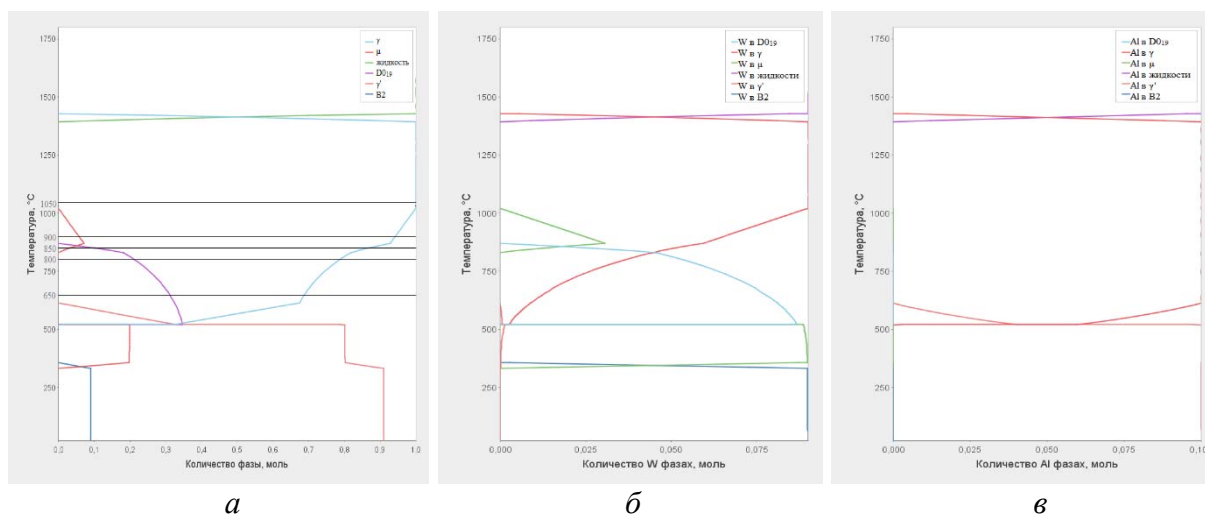


Рис. 1. Политермическое сечение фазовой диаграммы (а); распределение вольфрама в фазах (б); распределение алюминия в фазах (в)

Фазовый состав сплава при исследуемых температурах приведен в табл. 2. Полученные расчетные значения противоречат данным [3], что можно объяснить неполнотой сведений о растворимости элементов в фазах, существующих в системе Co–Al–W, заложенных в используемую

базу SSOL5 программы Thermo-Calc Software при различных температурах.

Таблица 2

Расчетный фазовый состав сплава CO–10AL–9W

Температура, °С	1050	900	850	800	650
Фазовый состав	$\gamma$	$\gamma + \mu$	$\gamma + \mu + D0_{19}$	$\gamma + D0_{19}$	$\gamma + D0_{19}$

На рис. 2 приведены фотографии микроструктуры образцов после различных режимов обработки. Микроструктура всех исследуемых образцов содержит характерную сетку, имеющую ориентационную связь с  $\gamma$ -матрицей, предположительно представляющую линии скольжения дислокаций, образованные в процессе извлечения образцов из заливки.

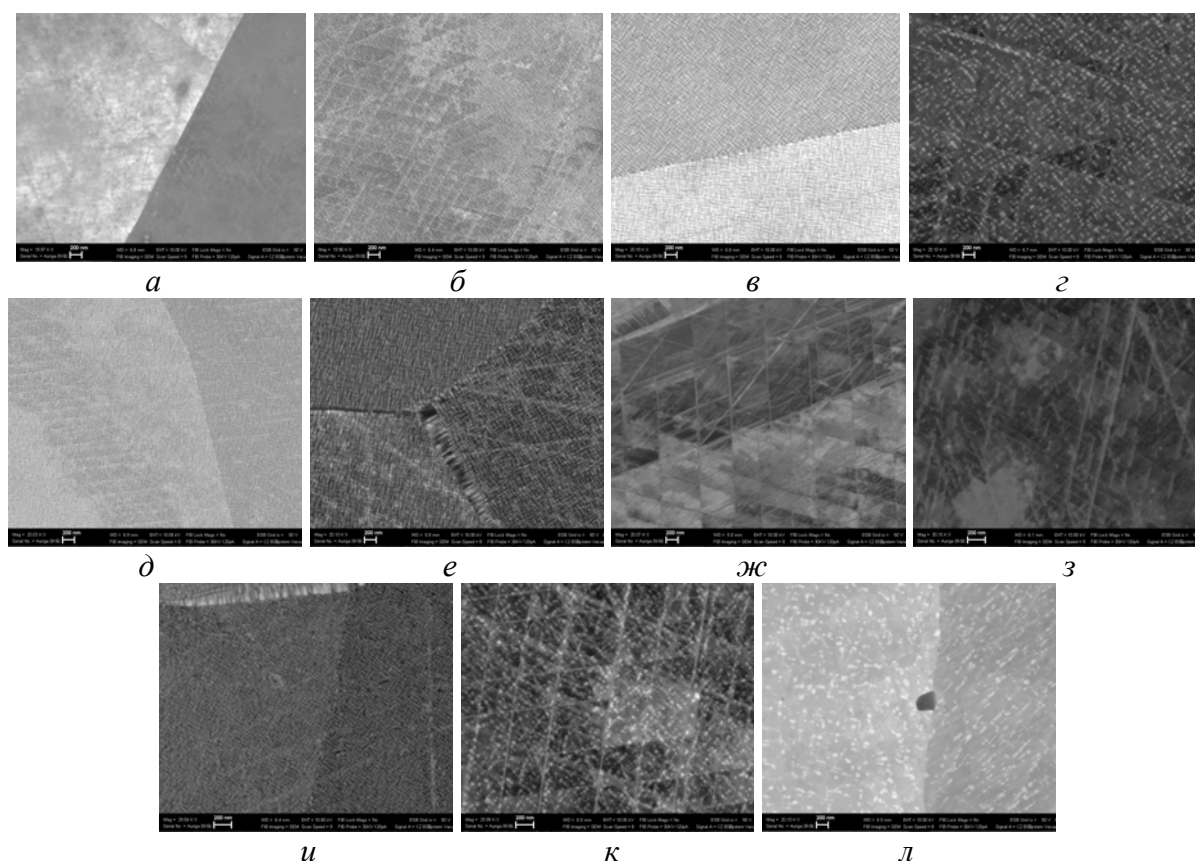


Рис. 2. Микроструктура образцов сплава CO–10AL–9W после различных режимов обработки: а – НТ; б – ВТ (800 °С); в – ВТ(850 °С); г – ВТ(900 °С); д – НТ + ВТ(800 °С); е – НТ + ВТ(850 °С); ж – НТ + ВТ (900 °С); з – ХД + НТ; и – ХД + НТ + ВТ (800 °С); к – ХД + НТ + ВТ (850 °С); л – ХД + НТ + ВТ (900 °С)

На рис. 3 представлено изменение процентного содержания и размера частиц второй фазы в образцах после различных режимов обработки.

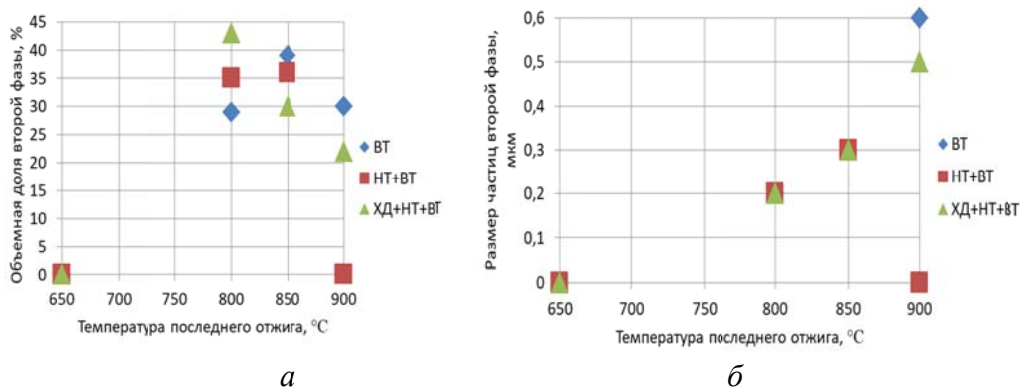


Рис. 3. Графики зависимости объемной доли (а) и размера частиц (б) второй фазы от режима обработки сплава CO–10Al–9W

График, представленный на рис. 3, показывает, что процесс выделения второй фазы происходит интенсивнее в образцах, подверженных предварительному низкотемпературному отжигу, по сравнению с образцами, отожженными однократно. Данное явление можно объяснить тем, что, несмотря на отсутствие идентифицируемых металлографическим методом частиц второй фазы, образцы, отожженные при 650 °C, могут не являться однофазными: процесс выделения второй фазы, начавшийся при первом отжиге, продолжается при высокотемпературном отжиге, что увеличивает долю второй фазы по сравнению с однократным отжигом. Холодная пластическая деформация еще больше интенсифицирует выделение второй фазы вследствие увеличения эффекта наклепа в материале после закалки. Для идентификации частиц второй фазы, обнаруженных металлографическим методом была предпринята попытка определения фазового состава исследуемых образцов методом рентгеноструктурного фазового анализа.

На всех полученных дифрактограммах присутствуют максимумы различной интенсивности вблизи углов 51° и 60°, которые были идентифицированы как рефлексы 111 и 200  $\gamma$ -фазы. Однако определение фазового состава и периода фаз методом РСФА было затруднено тем, что исследуемое сечение образцов состояло всего из трех зерен и, дифрагирующие плоскости могли не попасть в плоскость поверхности образцов.

Таким образом, в результате работы было установлено, что предварительная холодная пластическая деформация и/или низкотемпературный отжиг образцов при температуре 650 °C в течение 6 часов смещают процесс выделения второй фазы в интервал более низких температур. Максимальная объемная доля второй фазы наблюдается в образце после холодной пластической деформации, первого отжига при 650 °C и второго отжига при 800 °C – 43 %. Предварительная холодная

пластическая деформация сдерживает процесс растворения частиц второй фазы: после второго отжига при 900 °С в недеформированном образце отсутствуют частицы второй фазы; в деформированном образце сохраняется объемная доля частиц второй фазы 22 %.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Xue F. Phase Equilibria in Co-rich Co–Al–W alloys at 1300 °C and 900 °C / F. Xue, M. Wang, Q. Feng // University of Science and Technology Beijing. 2011. Vol. 686. P. 388–391.
2. Partition behaviour of alloying elements and phase transformation temperatures / T. Omori [et al] // Department of Materials Science, Graduate School of Engineering, Tohoku University. 2011. Vol. 412. P. 274–283.
3. Dmitrieva G. Al–Co–W fusion diagram in the Co–CoAl–W part / G. Dmitrieva, Vol. Vasilenko, I. Melnik // National Academy of Sciences of Ukraine. 2009. Vol. 5. P. 1–5.
4. Казанцева Н. В. Исследование магнитных свойств и структурно-фазовых превращений в сплаве Co–19ат.%Al–6ат.%W / Н. В Казанцева [и др] // ФММ. 2005. Т. 99, № 5. С. 1–10.

УДК 620.22

***Е. В. Ромашков<sup>\*</sup>, С. Е. Крылова, О. А. Ромашкова***

Оренбургский государственный университет, г. Оренбург

<sup>\*</sup>*evgeniyromashkov@yandex.ru*

Научный руководитель – доцент, канд. техн. наук *С. Е. Крылова*

## **ВЛИЯНИЕ РЕЖИМОВ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРНО-МЕХАНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ СТАЛЕЙ ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ ПРЕСС-ФОРМ ЛИТЬЯ ПОД ДАВЛЕНИЕМ**

Приведен сравнительный анализ сложнолегированных штамповых сталей инструментального класса с целью замены стали 4Х4МВФС, применяемой в настоящее время для изготовления пуансона машины литья под давлением, на более перспективную разработанную сталь 70Х3Г2ФТР.

*Ключевые слова:* штамповая сталь, микролегирующий комплекс, термическое упрочнение, пресс-форма литья под давлением, пуансон.

***Е. V. Romashkov, S. E. Krilova, O. A. Romashkova***

## **INFLUENCE OF HEAT TREATMENT ON THE STRUCTURAL AND MECHANICAL CHARACTERISTICS OF STEELS FOR THE MANUFACTURE OF MOLDS OF INJECTION MOLDING**

A comparative analysis of complex alloyed die steels tool class to replace steel 4X4MBФС, currently used for the manufacture of the punch machine die casting for the more promising of the developed steel 70X3Г2ФТР.

*Keywords:* die steel, mikroekonomi complex, thermal hardening, the mold molding, punch.

Литье под давлением (ЛПД) является одним из наиболее перспективных способов получения литых заготовок. Получение отливок методом ЛПД целесообразно в том случае, если их производство носит крупносерийный характер, что связано с высокой себестоимостью данного вида литья. Для поиска лучшей стали для изготовления пресс-форм ЛПД проведены исследования, направленные на сравнение стали 4Х4МВФС, широко используемой на машиностроительных предприятиях, и стали 70Х3Г2ФТР, рекомендованной для изготовления штампов горячего деформирования. Литая структура сталей представлена на рис. 1.

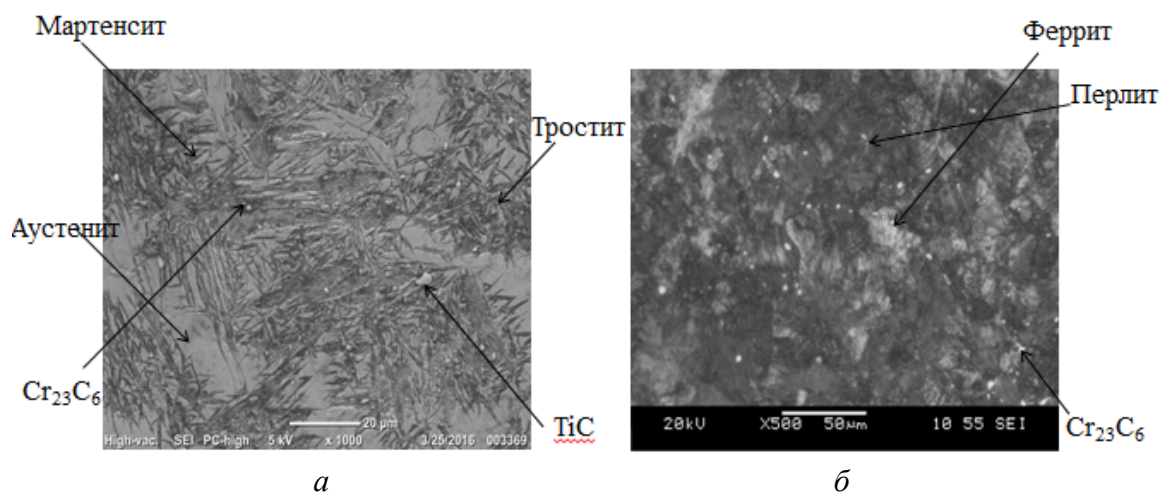


Рис. 1. Литая структура сталей 70ХЗГ2ФТР(*а*) и 4Х4МВФС(*б*): *а* – мартенсито-троостито-аустенитная структура (твердость 43–45 HRC, микротвердость карбидной фазы ~ 10500–11000 Н/мм<sup>2</sup>; металлической матрицы ~ 6500–7500 Н/мм<sup>2</sup>); *б* – феррито-перлитная структура (твердость 33–35 HRC, микротвердость карбидной фазы ~ 11000 Н/мм<sup>2</sup>; металлической матрицы 3500 Н/мм<sup>2</sup>)

В структуре отожженной стали 4Х4МВФС имеются существенные отличия от стали 70ХЗГ2ФТР (рис. 2). Во-первых, достаточно высокая температура гомогенизации 1100 °С не привела к устранению неоднородного строения данной стали. Металлическая основа представляет собой смесь пластинчатого и зернистого перлита, разделенную карбидной сеткой по границам зерен.

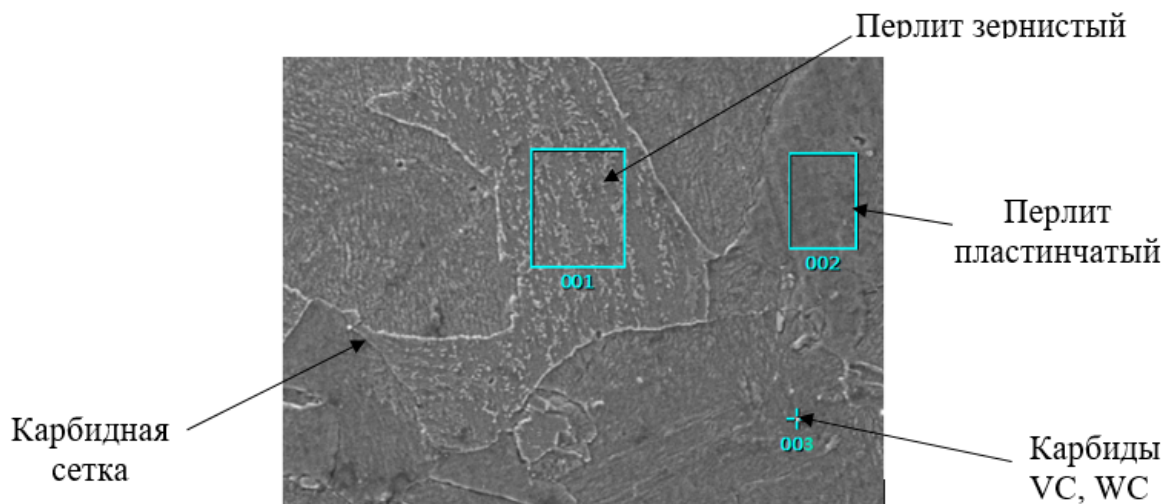


Рис. 2. Структура стали 4Х4МВФС после отжига 1100 °С, РЭМ × 1500

На рис. 3 представлен характер изменения твердости, количества остаточного аустенита и количества карбидной фазы в зависимости от температуры нагрева под закалку.

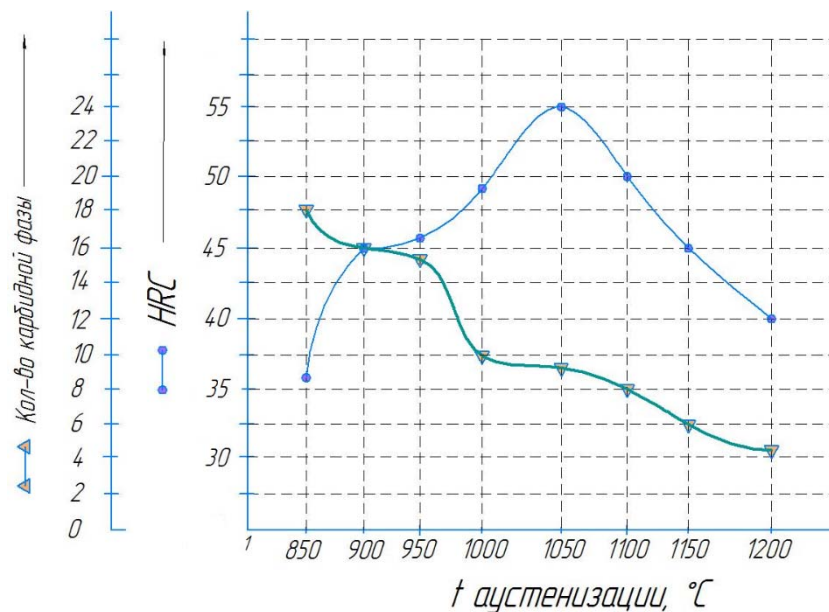


Рис. 3. Влияние температуры аустенизации на количество карбидной фазы и твердость стали 70X3Г2ФТР

Видно, что количество карбидной фазы при повышении температуры аустенизации с 900 до 1200 °C уменьшается с 17,8 до 4,2 %, при этом наиболее интенсивно данное изменение наблюдается в интервале температур 1000–1050 °C, вследствие растворения основной массы карбидов [1].

Видно (рис.3), что при повышении температуры закалки до 1050 °C происходит монотонное увеличение твердости, при температуре 1050–1200 °C твердость заметно уменьшается вследствие процесса гетерогенизации структуры.

Проведенные исследования показали, что зависимость твердости закалённых сталей от температуры аустенизации в диапазоне 850–1100 °C имеет вид кривой с максимумом в пределах 51–55 HRC. Повышение твердости обусловлено повышением содержания углерода в мартенсите за счет растворения карбидов. Значительное снижение твердости в температурной области выше максимума связано с увеличением в структуре количества остаточного аустенита, твердость которого мала, и с укрупнением размера зерна.

Величина твёрдости зависит от соотношения двух противоположно действующих факторов: доли остаточного аустенита, увеличение которой снижает твёрдость, и концентрации углерода в мартенсите, при повышении которой твёрдость мартенсита повышается. Начиная с температур закалки 1000–1050 °C первый фактор превалирует, что вызывает снижение исходной твёрдости сталей.



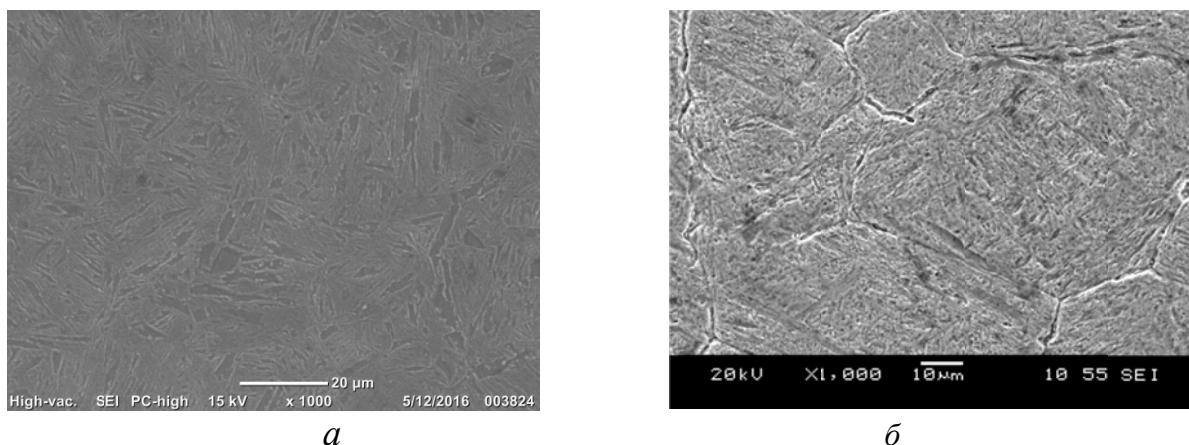


Рис. 4. РЭМ штамповых сталей после закалки 1000 °С в масле,  $\times 1000$ :  
*а* – 4Х4МВФС; *б* – 70Х3Г2ФТР

Таким образом, на основании проведенных исследований выявлена оптимальная температура закалки, соответствующая 1000 °С. Установлено, что при этой температуре формируется удовлетворительный размер зерна (для штампов горячего деформирования не менее 9 балла по ГОСТ 5632–82) и необходимое количество остаточного аустенита (15–17 %) предположительно для появления при последующем высокотемпературном отпуске явления вторичной твердости (рис. 4).

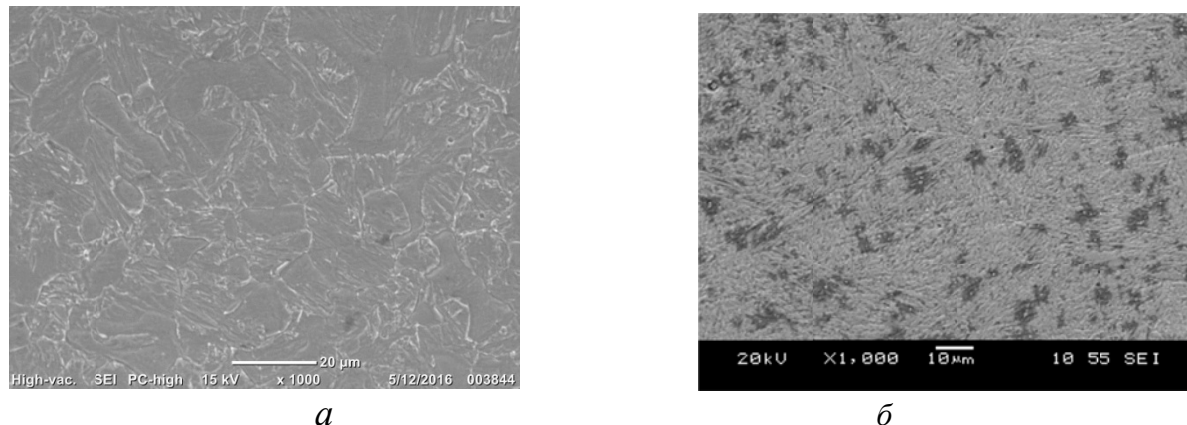


Рис. 5. Структура штамповых сталей после закалки 1000 °С в масле и отпуска при 650 °С с выдержкой 3 часа. РЭМ  $\times 1000$ : *а* – 4Х4МВФС; *б* – 70Х3Г2ФТР

В процессе отпуска происходит некоторый распад мартенсита и переход к троосто-мартенситной металлической основе с дополнительным выделением карбидных частиц. При температуре отпуска, соответствующей 650, микроструктура стали полностью инициируется как дисперсная ферито-цементитная матрица с карбидным упрочнением [2, 3].

На основе проведенных исследований определен упрочняющий режим термической обработки опытной стали ( $T_3 = 1000$  °С, масло;  $T_0 = 600$  °С, воздух), что позволило сравнить механические свойства,



применяемой в данное время и склонной к разрушению стали 4Х4МВФС и предлагаемой на замену экономнолегированной стали 70Х3Г2ФТР.

Таблица

Механические свойства сталей

Марка стали	Твердость, HRC	Предел прочности $\sigma_B$ , МПа	Ударная вязкость, КСУ, кДж/м <sup>2</sup>	Относит. удлинение, $\delta$ , %	Относит. сужение, $\psi$ , %
5ХНМ	37/39	1170/1250	165/198	10/12	41/43
4Х5МФС	50/52	1370/1490	112/156	10/13	45/49
70Х3Г2ФТР	54/56	1520/1610	156/168	10/12	41/43

Сравнительный анализ показывает, что при одинаковом соотношении твердости предлагаемая сталь превосходит традиционную по прочности, ударной вязкости и износостойкости. Преимущества по свойствам перед аналогами в некоторых случаях составляют 40 %. Опытная сталь отличается пониженным содержанием хрома и микролегирующим комплексом отличным от стали 4Х4МВФС. Микролегирующий комплекс стали 70Х3Г2ФТР (W–Ti–B) при содержании углерода 0,67 способствует формированию вязкой металлической основы, удерживающей дисперсные карбидные включения, формирующиеся на стадии термического упрочнения, что обеспечивает высокие значения механических свойств, теплостойкости и эксплуатационной стойкости штампового инструмента, что позволяет рекомендовать ее к внедрению и замене традиционных штамповых сталей как более перспективную.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Инструментальная сталь для горячего деформирования: пат. 2535148 / С. Е. Крылова, С. В. Каманцев, С. О. Соколов; опубл. 20.07.2014.
2. Ромашков Е. В. Разработка составов и способов термической обработки инструментальных сталей с микролегирующим комплексом, предназначенных для тяжело нагруженных изделий машиностроения / Е. В. Ромашков, С. Е. Крылова. Тольятти : Изд-во ТГУ, 2016. С. 7–13.
3. Romashkov E. V. Peculiarities of Thermal Hardening of Experimental Sparingly-Alloy Tool-Class Steels / S. E. Krylova, E. V. Romashkov, A. V. Kuznetsov // Materies Engineering and Technologies for Production and Processing II. Materials Science Forum. 2016. Vol. 870. С. 392–396.

**К. О. Лавринова<sup>1\*</sup>, А. Е. Костина<sup>2</sup>, А. Ю. Волков<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина, г. Екатеринбург

<sup>2</sup>Институт физики металлов им. М. Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, г. Екатеринбург

\*ksyu.lavrinova@yandex.ru

## ФОРМИРОВАНИЕ УПОРЯДОЧЕННОЙ ПО ТИПУ $L1_2$ СВЕРХСТРУКТУРЫ В СПЛАВЕ Cu–8ат. %Pd

Обнаружен недостаток литературных источников по структуре и физико-механическим свойствам сплавов меди с содержанием палладия менее 10 ат. %. Выяснено, что в общепринятой фазовой диаграмме системы Cu–Pd температурно-концентрационная граница между ГЦК-фазой и упорядоченной  $L1_2$ -фазой проведена без соответствующей экспериментальной поддержки. Проведено изучение эволюции структуры, микротвердости и удельного электросопротивления в процессе длительных отжигов сплава Cu–8ат. %Pd. Выявлен аномальный рост электросопротивления и микротвердости в процессе отжига сплава при температурах 250 и 300 °С. Обнаруженные аномалии связаны с образованием зародышей упорядоченной  $L1_2$ -фазы.

*Ключевые слова:* сплавы медь–палладий, фазовые превращения, сверхструктура  $L1_2$ , структурные методы исследования, критическая температура упорядочения.

***K. O. Lavrinova, A. E. Kostina, A. Yu. Volkov***

## $L1_2$ -TYPE ORDERED SUPERSTRUCTURE FORMATION IN THE ALLOY Cu–8at. %Pd

It was found out literature sources' shortage on copper alloys' with the palladium content less than 10 at% as in structure, mechanical and physical properties. The structure evolution, microhardness and specific electrical resistivity of the Cu–8%at. Pd after prolonged annealing was studied. The increase of microhardness and specific electrical resistivity pre-deformed alloy during annealing is an anomaly. It was made a conclusion that this phenomenon occurs due to  $L1_2$ -phase ordered nucleus formation.

*Keywords:* copper-palladium alloys; phase transformations;  $L1_2$ -type superstructure; structural method of study; critical temperature of ordering.

### **Введение**

Медь и ее сплавы традиционно используются в электротехнике и приборостроении в качестве проводниковых материалов [1]. Ранее нами

было предложено рассмотреть в качестве проводящей матрицы сплавы Cu–Pdс содержанием палладия менее 6 ат.% [2]. Такие сплавы характеризуются относительно высокой электропроводностью и повышенной коррозионной стойкостью. Однако, структура и физико-механические свойства сплавов меди с содержанием палладия менее 10 ат.% ранее практически не исследовались. К примеру, на общепринятой фазовой диаграмме (рис. 1), на левой границе раздела беспорядок-порядок (разупорядоченный  $\alpha$ -твердый раствор — сверхструктура типа  $L1_2$ ) отсутствуют экспериментальные точки [3].

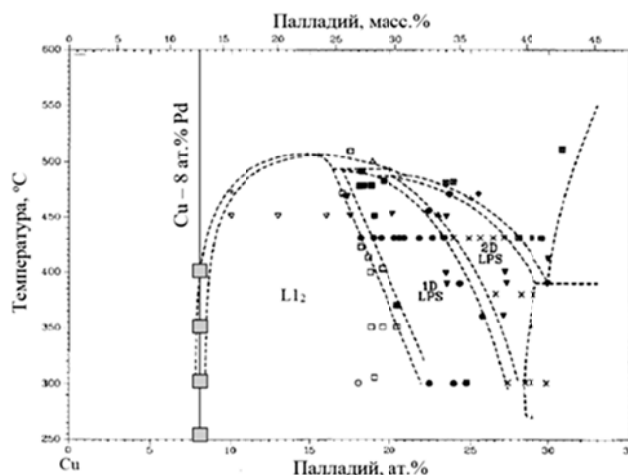


Рис. 1. Участок фазовой диаграммы сплавов системы Cu–Pd [3]. Вертикальной линией показан состав исследуемого сплава. Символами (□) обозначены температуры обработки

Целью данной работы является выяснение кинетики атомного упорядочения и уточнение температурной границы фазового превращения беспорядок→порядок в сплаве медь-палладий с содержанием палладия 8 ат.%.

### Экспериментальные результаты

Для изучения эволюции структуры сплава Cu–8ат.%Pd в ходе атомного упорядочения были взяты образцы в двух исходных состояниях: закаленном после отжига в течение 1 часа при температуре 800°C и сильно деформированном (величина истинной деформации составила  $\varepsilon \approx 7.1$ ). Ранее было установлено, что предварительная интенсивная пластическая деформация приводит к ускорению формирования упорядоченной по типу  $L1_2$  структуры в сплавах медь-палладий вблизи стехиометрии  $Cu_3Pd$  [4]. Это подтвердили и наши исследования: зародышей упорядоченной фазы в образцах закаленного сплава не было зафиксировано даже после длительных отжигов [5]. Для проведения экспериментов сплав подвергался длительному отжигу в течение 2,5 месяцев со ступенчатым охлаждением от 300°C, по 50 градусов через каждые 3 недели. Отметим, что прямыми структурными методами присутствия зародышей упорядоченной фазы в исследуемом сплаве не обнаружено даже после такой длительной

обработки: по данным рентгеноструктурного анализа и просвечивающей электронной микроскопии сплав является ГЦК-твердым раствором. В свою очередь, резистометрическое исследование является структурно-чувствительным методом, использование которого позволяет достаточно легко выявить начальные стадии атомного упорядочения или дисперсионного твердения.

На рис. 2 представлены графики изменения удельного электросопротивления в ходе отжига образцов деформированного сплава Cu–8ат. %Pd. Обработки небольшой продолжительности при температурах 350 и 400 °C сначала приводят к росту электросопротивления. Однако, затем электросопротивление сплава от продолжительности отжига практически не зависит (кривые 4 и 5 на рис. 2). В ходе выдержки при минимальной температуре 200 °C наблюдается очень слабое увеличение электросопротивления (кривая 1 на рис. 2).

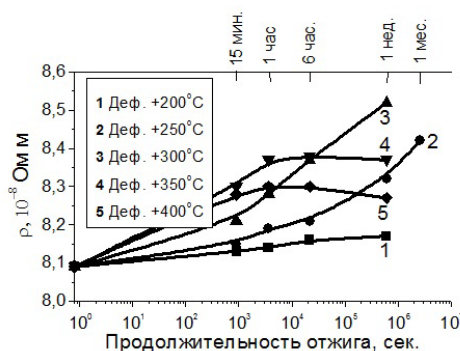


Рис. 2. Зависимость удельного электросопротивления деформированного сплава от продолжительности термообработки

В свою очередь, при температуре 250 °C происходит непрерывный рост электросопротивления, который не заканчивается даже после месяца термообработки (кривая 2 на рис. 2). Отметим, что отжиг образцов сплава при температуре 300 °C также сопровождается значительным повышением удельного электросопротивления (кривая 3 на рис. 2).

Для выяснения структурного состояния, которое формируется в исследуемом сплаве в результате низкотемпературных отжигов, была проведена термообработка большой продолжительности. Длительность термообработки превысила 2 месяца. Исходя из полученных результатов, отжики сплава при температурах ниже 200 °C не представляют интереса с точки зрения формирования в нем новой фазы. Однако, при таком медленном охлаждении в предварительно деформированном образце была сформирована максимально равновесная структура.

Температурная зависимость электросопротивления сплава Cu–8ат. %Pd после длительного охлаждения от 300 °C представлена на рис. 3. В исходном состоянии сплав имеет самое высокое удельное электросопротивление, достигнутое в ходе наших исследований:  $\rho = 8,72 \cdot 10^{-8}$  Ом м.

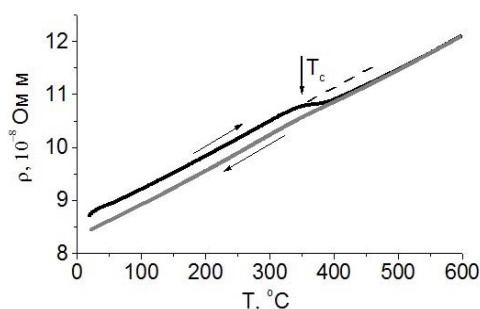


Рис. 3. Температурная зависимость электросопротивления при нагреве и охлаждении образца сплава Cu–8ат. %Pd

Нагрев вызывает пропорциональное повышение электросопротивления, что нарушается при температуре немного ниже 350 °С. В интервале температур 340–380 °С электросопротивление сплава практически не изменяется. При дальнейшем нагреве скорость роста электросопротивления возвращается на прежний уровень. При охлаждении каких-либо особенностей не наблюдается: снижение электросопротивления происходит с постоянной скоростью.

Особенностью сплавов системы медь-палладий является некоторое повышение удельного электросопротивления в ходе формирования упорядоченной по типу  $L1_2$  структуры [6]. Это было убедительно показано еще в первых исследовательских работах, посвященных изучению системы медь-палладий вблизи стехиометрии  $\text{Cu}_3\text{Pd}$  [7, 8]. Проведенный нами литературный поиск не выявил литературных источников, посвященных изучению сплава Cu–8ат. %Pd.

Ранее [2] мы пришли к выводу, что причиной роста микротвердости и удельного электросопротивления является формирование в исследуемом сплаве зародышей упорядоченной фазы. Однако, все наши попытки обнаружить эту фазу прямыми методами (просвечивающая электронная микроскопия и рентгеноструктурный анализ) после отжигов малой продолжительности успеха не имели. Подтвердить формирование зародышей упорядоченной фазы в предварительно деформированном сплаве удалось только после длительного отжига при температуре 250 °С в течение 3,5 месяцев. Соответствующая микродифракция, на которой имеются сверхструктурные отражения, представлена на рис. 4. Таким образом, применение косвенной структурно-чувствительной методики (резистометрия) позволило обнаружить формирование новой фазы значительно раньше, чем удалось наблюдать ее микроскопическим путем.

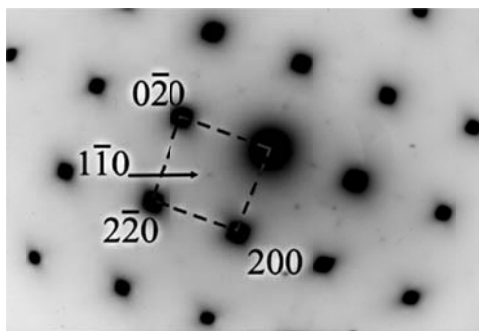


Рис. 4. Микродифракция с участка образца сплава Cu–8ат.%Pd, который был отожжен при температуре 250 °С в течение 3,5 месяцев; ось зоны [100]

*Работа выполнена в рамках государственного задания ФАНО России (тема «Деформация», № 01201463327) и при частичной поддержке РФФИ (проект № 17-33-00446\_мол\_а).*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Осинцев О. Е. Медь и медные сплавы: справочник / О. Е. Осинцев, В. Н. Федоров. Москва : Машиностроение, 2004. 336 с.
2. Изменение электрических и механических свойств меди при легировании палладием / А. Ю. Волков [и др.] // ФММ. 2016. Т. 116. № 9. С. 977–986.
3. Subramanian P. R., Laughlin D. E. Cu–Pd(Copper-Palladium) // Journal of Phase Equilibria. 1991. Vol. 12. № 2. P. 231–243.
4. Особенности формирования наноструктурного состояния в атомноупорядоченных медно-палладиевых сплавах, подвергнутых интенсивной деформации кручением / Л. Н. Буйнова [и др.] // Деформация и разрушение материалов. 2009. № 10. С. 24–29.
5. Микроструктура и физико-механические свойства сплава Cu–8ат.%Pd / А. Ю. Волков [и др.] // ФММ.
6. Савицкий Е. М. Сплавы палладия / Е. М. Савицкий, В. П. Полякова, М. А. Тылкина. Москва : Наука, 1967. 215 с.
7. Svensson B. Magnetische Suszeptibilität und elektrischer Widerstand der Mischkristallreihen PdAg und PdCu / B. Svensson // Annalen der Physik. 1932. Vol. 14. № 5. P. 699–711.
8. Taylor R. Transformation in the copper-palladium alloys / R. Taylor // Journal of the Institute of Metals. 1934. Vol. 54. № 1. P. 255–272.

**Д. С. Асанова, Н. С. Гусакова (Шляпкина), А. С. Васильев\*, Н. А. Попов**  
Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург  
*\*timoshka\_94@mail.ru*

## ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ ПОРОШКА БРОНЗЫ С ПРИМЕНЕНИЕМ МЕТОДА ДИФФЕРЕНЦИАЛЬНОЙ СКАНИРУЮЩЕЙ КАЛОРИМЕТРИИ (ДСК)

В работе были исследованы свойства и поведение порошка бронзы марки БрОФ-10-1 при помощи метода дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК). Получены характеристические температуры наблюдаемых превращений, и количественно оценены тепловые эффекты путем численного интегрирования сигнала теплового потока. В результате полного переплава бронзового порошка в инертной атмосфере образец приобрел вид чистой блестящей капли почти сферической формы, при этом убыль массы составила 0,63 %.

*Ключевые слова:* порошковая металлургия, порошок бронзы, фазовые переходы, термический анализ.

***D. S. Asanova, N. S. Gusakova (Shlyapkina), A. S. Vasilyev, N. A. Popov***

## INVESTIGATE PROPERTIES POWDER OF BRONZE WITH USE METOD OF DIFFERETIAL SCANNIG CALORIMETRY (DSC)

Properties and behavior of bronze powder of BrOF-10-1 grade were investigated using differential-scanning calorimetry (DSC) method. The characteristic temperatures of the observed transformations are obtained and the thermal effects are quantitatively estimated by numerical integration of the heat flux signal. As a result of the complete remelting of the bronze powder in an inert atmosphere, the sample took the form of a clean, shiny drop of almost spherical shape, while the mass loss was 0.63 %.

*Keywords:* powder metallurgy, bronze power, phase transitions, thermal analysis.

Порошковая металлургия является одним из важнейших направлений научно-технического прогресса. Ее современные технологии позволяют создавать новые материалы со специальными и уникальными свойствами. При изготовлении многих типов изделий из обычных материалов с обычным уровнем свойств, применив метод порошковой металлургии, можно получить изделия с лучшими технико-

экономическими показателями. Например, применение порошковых материалов в автопромышленности влечет за собой существенное снижение веса автомобилей, а также позволяет защитить детали машин и приборов от коррозии, которая ежегодно «съедает» десятки млн. тонн металла, принося убытков на сотни миллионов долларов [1].

Важнейшей задачей, которую позволяет решить порошковая металлургия, является производство металлических порошков. Качество получаемых изделий во многом зависит от качества используемого сырья – металлических порошков. Химические, физические и технологические свойства порошков определяются по стандартным методикам.

Цель работы являлось исследование свойств порошка бронзы марки БрОФ-10-1, из смеси порошков меди и олова, содержанием олова 10 мас. %, с применением метода дифференциально-сканирующей калориметрии (ДСК).

Метод ДСК в настоящее время широко применяется для измерения количества тепла: при ДСК-сканировании капсула с образцом либо нагревается, либо охлаждается с линейной скоростью (это «сканирующая» часть ДСК). В процессе сканирования выход энергии или поглощение ее образцом сравнивается количественно (то есть калориметрически) с реперным материалом (то есть дифференциально). Использование образцов малых навесок, а также сканирование с малыми скоростями позволяют достичь состояния близкого к равновесию протекающих процессов при нагревании и охлаждении, что дает возможность исследовать фазовые превращения методом ДСК с большей точностью. Поэтому метод ДСК очень плодотворный в научных и производственных целях для быстрого изучения термических свойств разнообразных веществ, таких, как минералы, керамические материалы, неорганические и органические химические соединения, металлы, сплавы, полимеры, а также в последнее время и биологические объекты [2].

Исследования проводились на высокотемпературном калориметре SETARAMMHTC, который относится к типу моделей Line 96. Взвешивание образцов проводилось на лабораторных электронных весах CPA225D фирмы «Sartorius AG».

Теплофизические свойства образца оценивали с помощью равновесной диаграммы Cu–Sn [3] (рис. 1).

Результаты ДСК плавления/кристаллизации показаны на рис. 2. Скорость изменения температуры  $\pm 10$  К/мин, масса образца  $m = 87,07$  мг. Нагрев осуществлялся до температуры 1200 °С.

Обнаружено, что кривые теплового потока, описывающие плавление и кристаллизацию, имеют сложную форму. Наблюдаемые пики являются составными. Они содержат в себе высокотемпературное превращение, представленное небольшим острым пиком, и низкотемпературную составляющую в виде растянутого и асимметричного пика.



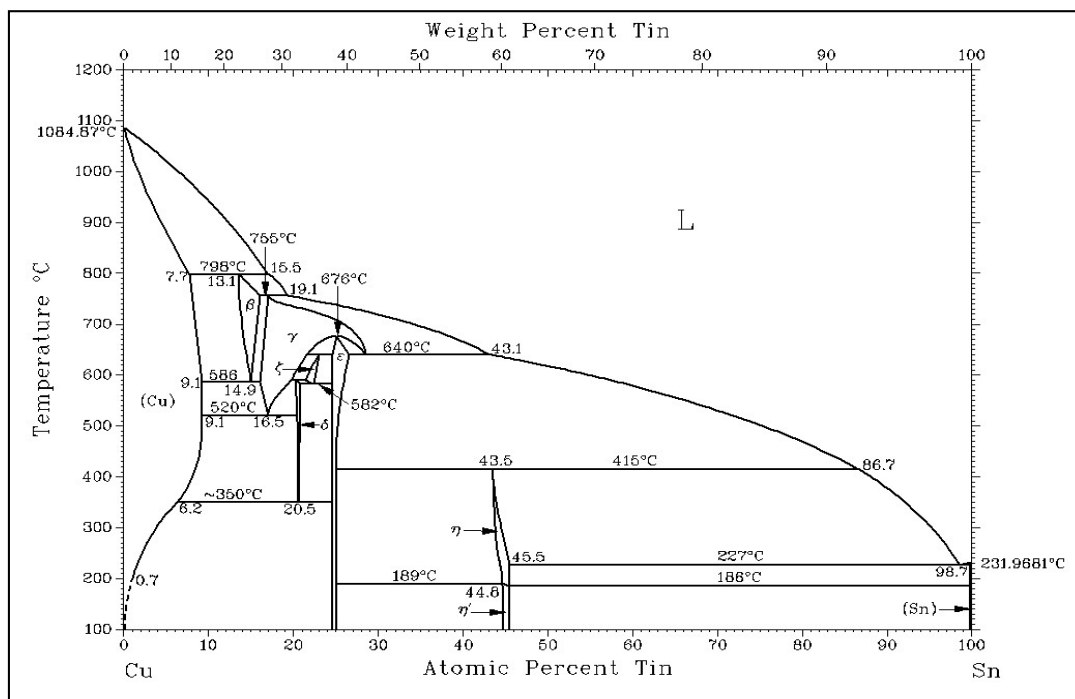


Рис. 1. Фазовая диаграмма Cu–Sn

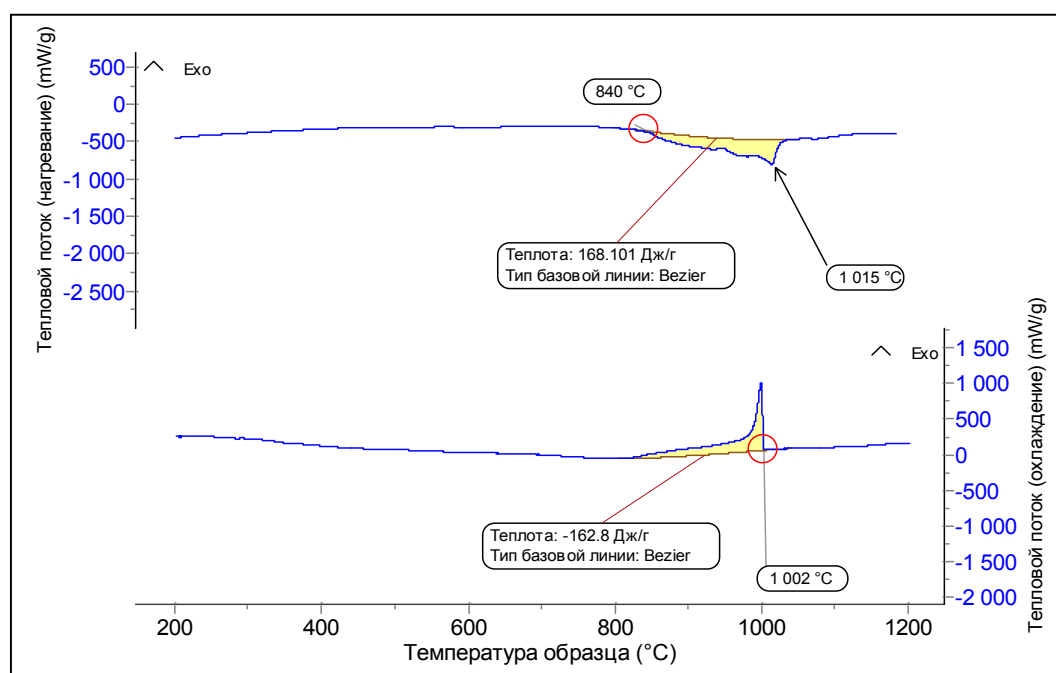


Рис. 2. ДСК нагревания и охлаждения порошка бронзы

Анализируя сплав, есть все основания считать, что у этого образца, процесс плавления является поливариантным, т. е. протекает в интервале температур между солидусом и ликвидусом. Для таких случаев процедура интерпретации пиков на термоаналитических кривых осуществляется иначе, чем для чистых металлов, т. е. из фигуры плавления на термоаналитической кривой должны быть извлечены температуры, как

начала, так и конца плавления. Температура солидуса, найденная как начало эндотермического (низкотемпературного) пика методом касательных, оказалась равной 840 °С, температура ликвидуса (вершина высокотемпературного пика) оценивалась по положению точки наибольшего отклонения теплового потока от базовой линии, выше которой поглощение тепла образцом завершается и сигнал возвращается на исходный уровень, эта температура оказалось равной 1015 °С. Тепловые эффекты плавления и кристаллизации говорят о полной термодинамической обратимости этих процессов. Они равны соответственно 168 и 163 Дж/г, т. е. близки друг к другу.

Для анализа полученных данных измеренные температуры солидуса и ликвидуса были наложены на фрагмент фазовой диаграммы Cu–Sn (рис. 3).

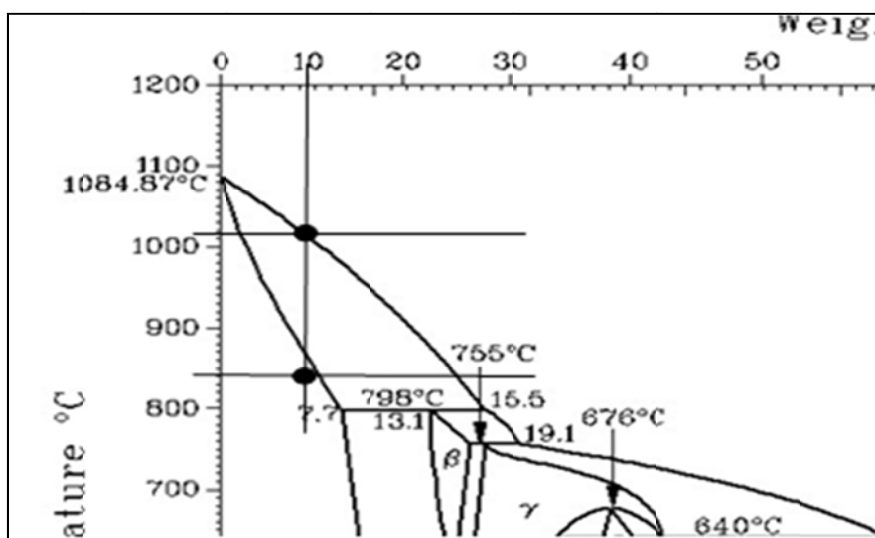


Рис. 3. Фрагмент фазовой диаграммы Cu-Sn

Сравнения показывают, что полученные результаты соответствуют температурному интервалу плавления, указанному в диаграмме состояния Cu–Sn (рис. 3). В результате опыта оказалось, что экспериментальная температура ликвидуса хорошо согласуется с фазовой диаграммой для данного содержания олова (Sn10 мас. %). Из диаграммы Cu–Sn (рис. 3) можно предположить, что в эксперименте наблюдаемое превращение является перитектическим. Найденная точка начала плавления, равная 840°С, отличается от справочных данных на 20 °С и, но эта величина согласуется в пределах погрешности измерений. Можно предположить, что для порошка данного состава использовалась иная фазовая диаграмма, которая несколько отличается от диаграммы Cu–Sn (рис. 3) или в порошке имеются небольшие примеси, растворенные газы.

После опыта образец выглядит матовым, имеет форму капли с частичным темным налетом на поверхности. Химическая природа этого налета не ясна, но его происхождение трудно объяснить одним только

окислением следами кислорода в аргоне, если учесть, что в опыте отмечена не прибыль, а небольшая убыль массы. Контрольное взвешивание образца после опыта показало, что масса образца уменьшилась до 86,52 мг, т. е. убыль массы не значительна и составляет 0,63 %. Такое изменение можно считать пренебрежимо малым.

## ВЫВОДЫ

1. Получены оригинальные данные по теплофизическим свойствам порошка бронзы марки БрОФ-10-1. Методом ДСК измерены характеристические температуры наблюдаемых превращений (охлаждение/кристаллизация).

2. В результате опыта оказалось, что экспериментальная температура ликвидуса хорошо согласуется с фазовой диаграммой для данного содержания олова (Sn 10 мас. %).

3. Можно также предположить, что при производстве порошка данного состава могла быть использована иная фазовая диаграмма, которая несколько отличается от диаграммы Cu–Sn (рис. 3) или в порошке имеются небольшие примеси, растворенные газы. Причины данного типа остаются не ясными, для точного ответа необходим дополнительный химический анализ или дополнительные исследования.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Производство металлических порошков: учеб. для вузов. Т. 1. Процессы порошковой металлургии / Г. А. Либенсон [и др.]. Москва : МИСИС, 2002. 368 с.
2. Шестак Я. Теория термического анализа: Физико-химические свойства твердых неорганических веществ: пер. с англ. Москва : Мир, 1987.
3. Massalski T. B. Binary Alloy Phase Diagrams. 2nd ed. Ohio : ASMInternational; MaterialsPark, 1990.
4. Уэндландт У. Термические методы анализа. Москва : Мир, 1978. 528 с.

***Н. В. Лебедева, Ю. М. Маркова, Д. Л. Смирнова***

«Центральный научно-исследовательский институт конструкционных материалов  
«Прометей» имени И. В. Горынина национального исследовательского центра  
«Курчатовский институт», г. Санкт-Петербург  
*mail@crism.ru*

## ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ТЕМПЕРАТУРЫ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОГО НАГРЕВА НА ПАРАМЕТРЫ ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ ПРИ НЕПРЕРЫВНОМ ОХЛАЖДЕНИИ В ШТАМПОВОЙ СТАЛИ

В работе исследовалась сталь марки 56NiCrMoV7. Проведены исследования кинетики фазовых превращений при непрерывном охлаждении, определены условия их протекания, проведено исследование микроструктуры. По результатам исследований проведено сравнение параметров микроструктуры и кинетики фазовых превращений при построении термокинетических диаграмм (ТКД) с разных температур предварительного нагрева.

*Ключевые слова:* диффузионное превращение, дилатометрия, термокинетическая диаграмма, фазовые превращения, штамповая сталь.

***N. V. Lebedeva, Ju. M. Markova, D. L. Smirnova***

## INVESTIGATION OF THE INFLUENCE OF TEMPERATURE OF PRELIMINARY HEATING ON THE PARAMETERS OF PHASE TRANSFORMATIONS UNDER CONTINUOUS COOLING IN THE STAMP STEEL

The steel grade 56NiCrMoV7 was investigated. Investigations of the kinetics of phase transformations under continuous cooling have been carried out, the conditions for their occurrence have been determined, and the microstructure has been studied. Based on the results of the research, the parameters of the microstructure and the kinetics of the phase transformations were compared with the construction of thermokinetic diagrams (TCD) from different preheating.

*Keywords:* phase transformation, dilatometry, stamp steel, diffusion transformation, thermokinetic diagrams.

В данной работе рассмотрена штамповая сталь марки 56NiCrMoV7, применяемая для крупногабаритных изделий, в частности матриц и инструмента для протяжки прутков и труб [1].

Известно, что необходимость разработки новых режимов термической обработки приводит к необходимости исследования кинетики

фазовых превращений на разных этапах термического воздействия, в том числе с помощью проведения моделирования [2].

Устойчивость переохлажденного аустенита изучалась при непрерывном охлаждении на дилатометре Dil805. Исследования проводились на образцах стали Ø5x10 мм, которые нагревались со скоростью 10 °С/с, температуры фазовых переходов определялись в соответствии с методикой, описанной в [3]. Для исследования фазовых структурных превращений, происходящих в материале после закалки нагрев проводился до температуры 860 °С, для моделирования превращения аустенита в процессе охлаждения с температурковки – до 1200 °С, после выдержки образцы охлаждались с различными скоростями. Микроструктурные исследования с оценкой среднего размера зерна проводились на инвертированном металлографическом микроскопе AxioObserverA1m. Рентгеноспектральный микроанализ (РСМА) проводился на растровом микроскопе Tescan Vega с энергодисперсионной приставкой Inca.

Для исследуемой стали построены ТКД с разными температурами предварительного нагрева – 860 °С и 1200 °С, области фазовых превращений были наложены друг на друга для проведения сравнительного анализа (рис. 1). Из полученных ТКД видно, что в зависимости от условий охлаждения аустенита в исследуемом материале можно получить ферито – перлитное, бейнитное, а также мартенситное превращения.

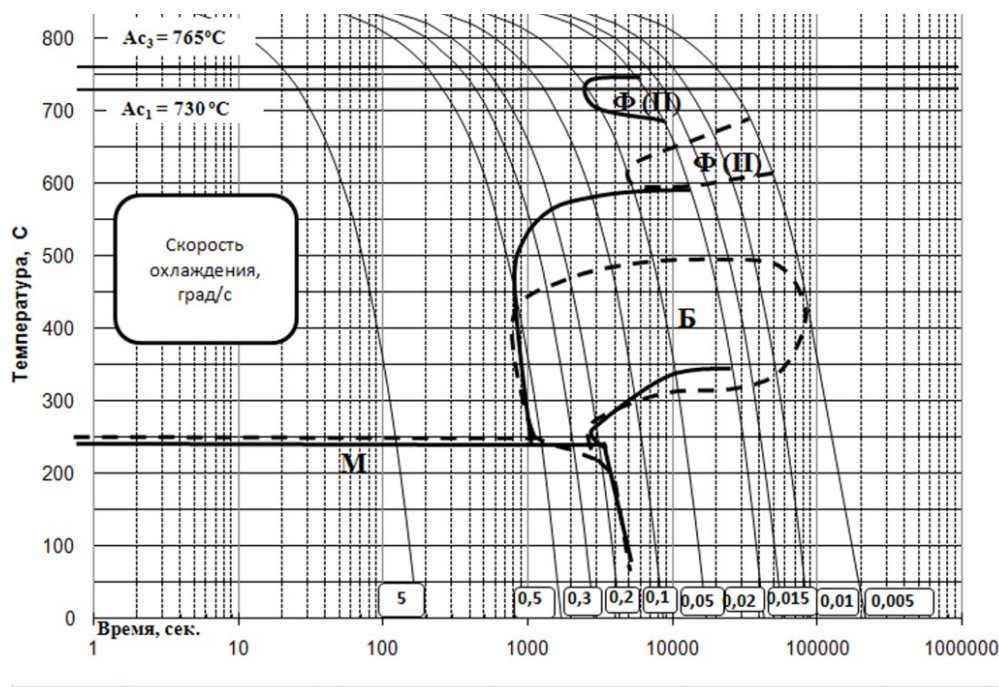


Рис.1. ТКД стали 56NiCrMoV7: с температуры 1200 °С (сплошная линия), с температуры 860°С (пунктирная линия)

Сравнение термокинетических диаграмм (рис. 1) показало, что с понижением температуры предварительного нагрева:

- температурный интервал бейнитного превращения смещается в область более низких температур (температура начала бейнитного превращения снижается с  $\sim 600\text{ }^{\circ}\text{C}$  до  $\sim 500\text{ }^{\circ}\text{C}$ ).

- температурный интервал феррито-перлитного превращения смещается в область более медленных скоростей, а также пик минимальной устойчивости аустенита снижается с  $730\text{ }^{\circ}\text{C}$  до  $620\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

- область мартенситного превращения значительных изменений не претерпевает.

Для подтверждения и уточнения результатов дилатометрических исследований проведены микроструктурные исследования (рис. 2–3). При охлаждении с температуры  $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$  со скоростью  $5\text{ град/сек}$  наблюдается структура мартенсита, со скоростью  $0,5 \div 0,1\text{ град/сек}$  – структура бейнито-мартенситного типа, а при скоростях  $0,05 \div 0,02\text{ град/сек}$  по границам бывших аустенитных зерен наблюдаются выделения ферритных зерен. При этом следует отметить, что с уменьшением скорости охлаждения количество верхнего бейнита увеличивается. Средний размер бывшего аустенитного зерна для всех исследованных образцов соответствует –1 баллу по ГОСТ 5639 [4].

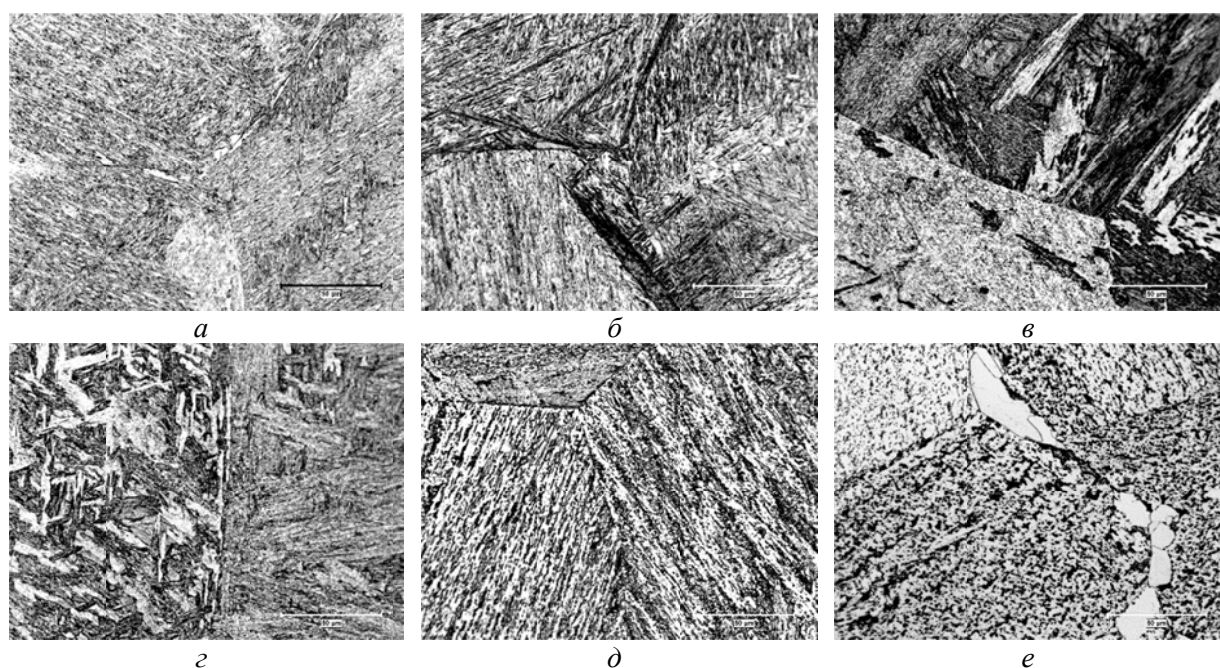


Рис. 2. Изображения микроструктуры после непрерывного охлаждения с различными скоростями с температуры  $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $\times 500$ : *а* –  $5\text{ град/сек}$ , *б* –  $0,5\text{ град/сек}$ , *в* –  $0,2\text{ град/сек}$ , *г* –  $0,1\text{ град/сек}$ , *д* –  $0,05\text{ град/сек}$ , *е* –  $0,02\text{ град/сек}$

При охлаждении с температуры  $860\text{ }^{\circ}\text{C}$  со скоростью  $5\text{ град/сек}$  наблюдается структура мартенсита, со скоростью  $0,5 \div 0,1\text{ град/сек}$  – структура бейнито-мартенситного типа с преобладанием бейнитной

составляющей, а при скоростях  $0,05 \div 0,005$  град/сек наблюдаются выделения зернистого перлита. Средний размер бывшего аустенитного зерна для всех исследованных образцов соответствует 8 баллу по ГОСТ 5639. Бейнит в исследованных образцах преимущественно игольчатой морфологии.

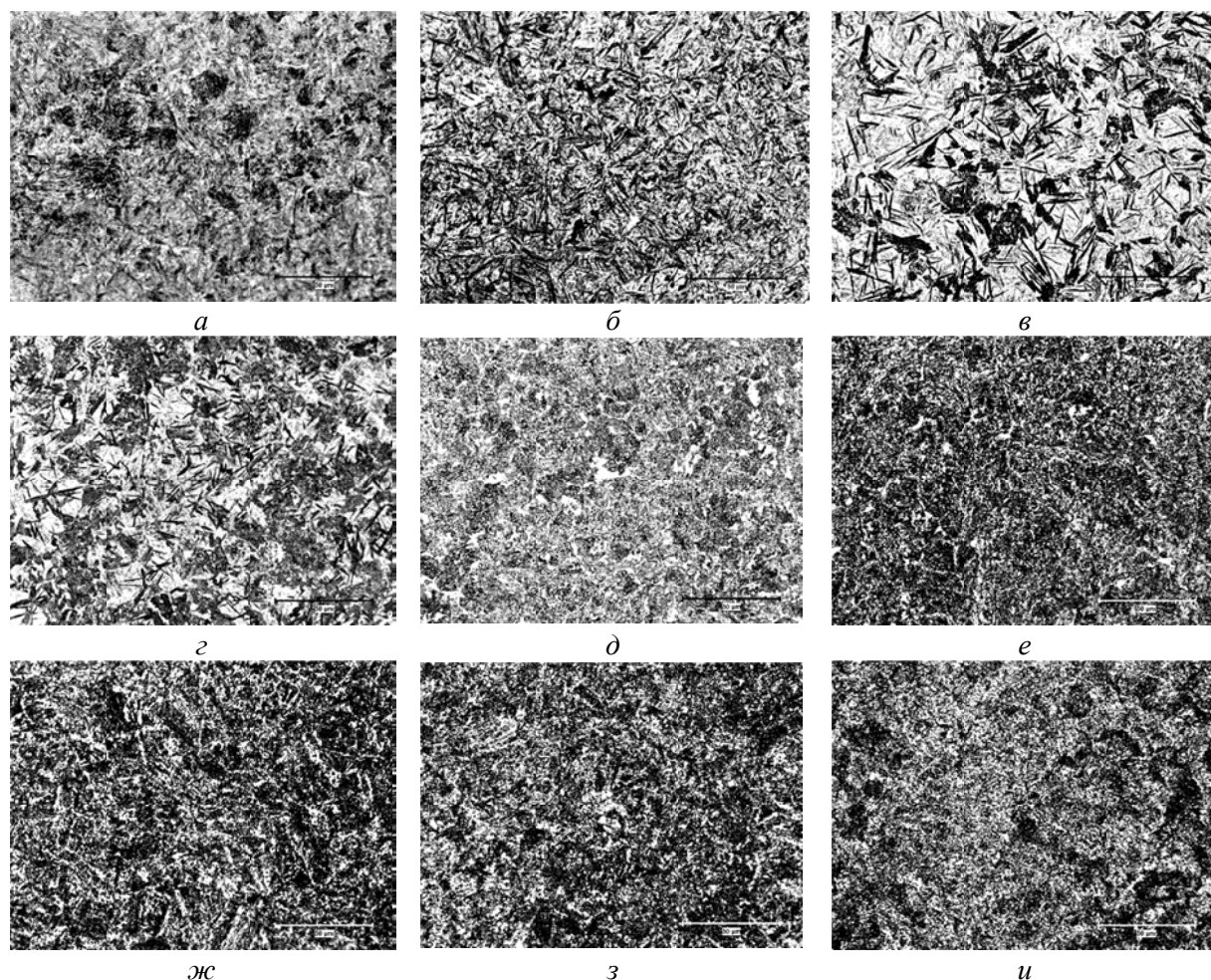
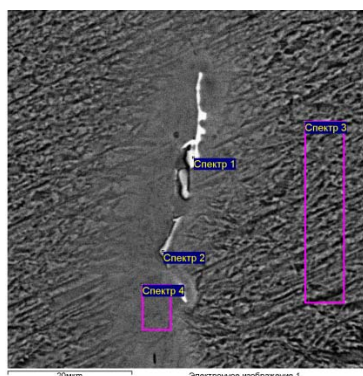


Рис. 3. Изображения микроструктуры после непрерывного охлаждения при различных скоростях с температуры  $860^{\circ}\text{C}$ ,  $\times 500$ : *а* – 5 град/сек, *б* – 0,5 град/сек, *в* – 0,3 град/сек, *г* – 0,2 град/сек, *д* – 0,1 град/сек, *е* – 0,05 град/сек, *ж* – 0,02 град/сек, *з* – 0,015 град/сек, *и* – 0,01 град/сек

При исследовании микроструктуры образца после охлаждения со скоростью 5 град/сек по границам бывших аустенитных зерен были выявлены выделения, для определения их химического состава проведено исследование методом РСМА (рис. 4). Определено, что по границам бывших аустенитных зерен выделяются сложные карбиды на основе Mo, В, Cr, V. При данной скорости охлаждения они полностью не успевают раствориться и диффундировать в тело зерна. Также вблизи карбидов по границам выявлена диффузионная зона, химический состав которой отличается от состава матрицы.





№	C	B	Si	P	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Ni	Mo
1	18	17.7	0.14	1.4		3.7	5.3	0.5	30.4	0.3	22.6
2			0.48		1	4.7	3.3	0.8	78.2	1.1	10.4
3			0.38				1.2	0.5	95.8	1.7	0.5
4			0.54			0.5	2.9	1.1	90.1	1.5	3.4

*a*

*б*

Рис. 4. Результаты исследования методом РСМА образца после охлаждения с температуры 1200 °С со скоростью 5 град/сек: *a* – изображение, *б* – химический состав исследованных спектров

## ВЫВОДЫ

1. Проведены дилатометрические исследования и построены термокинетические диаграммы стали 56NiCrMoV7 с разных температур нагрева. При разных скоростях охлаждения были определены интервалы различных фазовых превращений: феррито-перлитного, бейнитного и мартенситного.

2. Сравнение термокинетических диаграмм при непрерывном охлаждении с нагрева 1200 и 860 °С показало смещение интервалов превращений в область более низких температур.

*Экспериментальные исследования выполнены на оборудовании Центра коллективного пользования научным оборудованием «Состав, структура и свойства конструкционных и функциональных материалов» НИЦ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей» при финансовой поддержке государства в лице Минобрнауки в рамках соглашения № 14.595.21.0004. Уникальный идентификатор RFMEFI59517X0004.*

## ЛИТЕРАТУРА

1. Гольдштейн М. И. Специальные стали: учебник / М. И. Гольдштейн, С. В. Грачев, Ю. Г. Векслер. Москва : МИСИС, 1999. 408 с.
2. Цуканов В. В. Современные стали и технологии в энергомашиностроении / В. В. Цуканов. Санкт-Петербург : Машиностроение, 2014. 461 с.
3. Барахтин Б. К. Металлы и сплавы. Анализ и исследование. Физико-аналитические методы исследования металлов и сплавов. Неметаллические включения. Справочник / Б. К. Барахтин, А. М. Немец. Санкт-Петербург : НПО «Профессионал», 2006. 490 с.
4. ГОСТ 5639–82. Стали и сплавы. Методы выявления и определения величины зерна. 21 с.



***А. А. Орлов\*, О. З. Пожого, Е. А. Касимова***

Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет),  
г. Москва

*\*lxg2494@yandex.ru*

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук *С. В. Скворцова*

## ВЛИЯНИЕ ДОПОЛНИТЕЛЬНОГО ЛЕГИРОВАНИЯ ВОДОРОДОМ НА ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И ФАЗОВОГО СОСТАВА СПЛАВА НА ОСНОВЕ $Ti_2AlNb$

В работе проводилось исследование влияния легирования водородом на структуру и фазовый состав сплава на основе интерметаллида  $Ti_2AlNb$  при различных температурах нагрева. Установлены температурные интервалы существования фазовых областей в орто-сплаве.

*Ключевые слова:* жаропрочный титановый сплав, интерметаллид  $Ti_2AlNb$ , термоводородная обработка, фазовый состав, структура.

***A. A. Orlov, O. Z. Pozhoga, E. A. Kasimova***

## EFFECT OF ADDITIONAL HYDROGEN ALLOYING ON STRUCTURE AND PHASE COMPOSITION FORMATION IN $Ti_2AlNb$ BASED ALLOY

Effect of hydrogen alloying on structure and phase composition in  $Ti_2AlNb$  based alloy is studied at different heating temperatures. Temperature ranges of the phase regions in the orthorhombic alloy are determined.

*Keywords:* heat-resistant titanium alloy,  $Ti_2AlNb$  intermetallic, thermo-hydrogen processing, phase composition, structure.

Применение орторомбических сплавов титана на основе  $Ti_2AlNb$  для изготовления изделий авиационной техники в настоящее время ограничено в связи со сложностями, с которыми сталкиваются технологи при получении и обработке таких материалов. Помимо сложностей в металлургическом производстве, невысокая технологичность орто-сплавов при обработке давлением затрудняет получение полуфабрикатов с гарантированным уровнем свойств и требует применения высокомоощного оборудования [1–3]. Исследования, посвященные легированию титановых сплавов водородом, показали, что введение водорода благоприятно сказывается на технологической пластичности сплавов, что способствует эффективному процессу пластической деформации при более низких температурах обработки [4, 5]. Поэтому изучение влияния водорода на структуру и свойства орто-сплавов является актуальной задачей, так как данные сплавы, обладающие более высокими удельными прочностными

свойствами, могут заменить жаропрочные стали для изготовления деталей, работающих при температурах до 650–700°C.

В работе проводилось исследование влияния дополнительного легирования водородом на температуру полиморфного превращения ( $T_{пп}$ ), структуру и фазовый состав сплава на основе интерметаллида  $Ti_2AlNb$ .

Исследования проводили на образцах, вырезанных из прутка диаметром 60 мм сплава марки ВТИ-4 ( $Ti-12Al-41,2Nb-0,89Mo-0,83V-1,27Zr-0,13Si, \%$  (здесь и далее % по массе)). Пруток получен по опытно-промышленной технологии из слитка, выплавленного тройным вакуумно-дуговым переплавом с расходуемым электродом с последующей ковкой в  $\beta$ - и ( $\beta+O$ )-областях и горячей прокаткой.

Исследования структуры и фазового состава образцов проводили с помощью металлографического и рентгеноструктурного фазового анализа (РСФА), а определение  $T_{пп}$  осуществлялось методом пробных закалок.

Наводороживающий отжиг проводили в среде молекулярного водорода в установке Сиверта до концентраций 0,1; 0,2; 0,3 и 0,4 % при температурах 900–950°C. Из проведенных ранее исследований [4, 6] известно, что при легировании титановых сплавов водородом происходит снижение диффузии основных легирующих элементов, поэтому с повышением концентрации вводимого водорода увеличивалась продолжительность наводороживающего отжига.

Структура исходного полуфабриката представлена мелкодисперсной смесью  $\beta$ - и  $O$ -фаз (рис. 1).

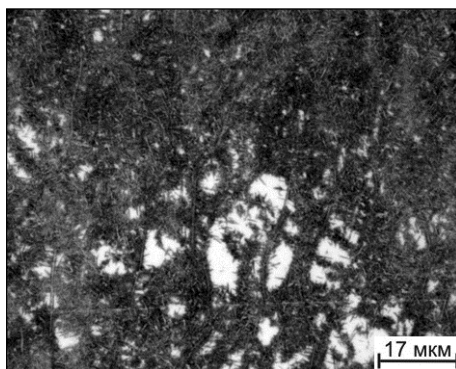


Рис. 1. Микроструктура прутка из сплава ВТИ-4 в исходном горячекатаном состоянии

После легирования сплава 0,1 и 0,2 % водорода фазовый состав также представлен  $\beta$ - и  $O$ -фазами, распределение частиц  $O$ -фазы в объеме  $\beta$ -зерна после наводороживающего отжига становится более однородным (рис. 2, а, б). С повышением концентрации водорода происходит уменьшение объемной доли  $\beta$ -фазы, при этом параметр  $a_\beta$  увеличивается с 0,3240 до 0,3317 нм, а атомный объем увеличивается более чем на 7 % с 0,0170 до 0,0183 нм<sup>3</sup>, что свидетельствует о растворении большего количества водорода в решетке  $\beta$ -фазы. Оставшаяся часть водорода

растворена в О-фазе, о чем можно судить по увеличению ее атомного объема, изменение которого составляет небольшую величину – 1,8 %.

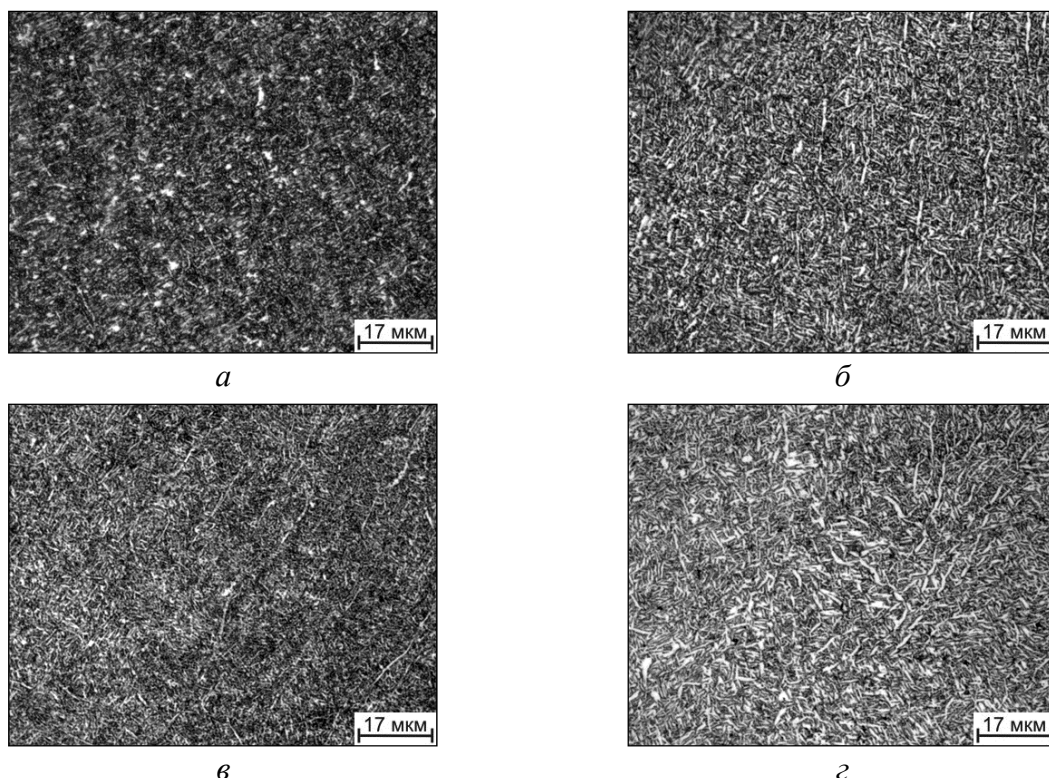


Рис. 2. Микроструктура прутка из сплава ВТИ-4 с различным содержанием водорода:  
*а* – 0,1 % Н; *б* – 0,2 % Н; *в* – 0,3 % Н; *г* – 0,4 % Н

При введении в сплав 0,3 и 0,4 % водорода РСФА не показал наличия в структуре сплава  $\beta$ -фазы, а атомный объем О-фазы увеличивается с  $0,0167 \text{ нм}^3$  для сплава с исходным содержанием водорода до  $0,0172 \text{ нм}^3$  для сплава с 0,4 % водорода. В микроструктуре образца с содержанием водорода 0,4 % наблюдается некоторое укрупнение пластин О-фазы по сравнению с образцами с меньшим содержанием водорода (рис. 2, *г*), что, по-видимому, связано с протеканием коалесценции из-за более длительной выдержки при повышенных температурах в процессе наводороживания сплава и последующего охлаждения.

На следующем этапе работы определяли температуру полиморфного превращения методом пробных закалок. Сначала закалку проводили в интервале температур  $1250\text{--}800^\circ\text{C}$  с шагом  $50^\circ\text{C}$ , затем разбивали определённые интервалы на  $10\text{--}20^\circ\text{C}$  для более точного анализа. Время выдержки при нагреве под закалку составило от 30 минут до 4 часов в зависимости от температуры.

Установлено, что сплав ВТИ-4 без водорода при температурах выше  $1045^\circ\text{C}$  является однофазным и представлен упорядоченным  $\beta$ -твёрдым раствором ( $\text{B2}$ -фаза). При понижении температуры в сплаве образуется О-фаза, при этом происходит разупорядочение  $\beta$ -фазы. Температура

$B2/(\beta + O)$  перехода в сплаве, легированном 0,1 % Н, понижается и составляет 990 °С. В сплаве, содержащем 0,2 % Н, температура перехода в однофазную область составляет 1070 °С, а при более низких температурах в сплаве образуется  $\alpha_2$ -фаза, и структура сплава становится трехфазной ( $\beta + O + \alpha_2$ ). С увеличением содержания водорода  $T_{пп}$  увеличивается до 1140 и 1165 °С для сплавов с 0,3 и 0,4 % Н, соответственно.

При снижении температуры нагрева до 800 °С сплав с исходным содержанием водорода и легированный 0,1 % Н остается двухфазным ( $\beta + O$ ) (табл.). В сплаве с 0,2 % Н структура представлена тремя фазами ( $\beta + O + \alpha_2$ ) в температурном интервале 900–1050 °С. Понижение температуры до 850 °С приводит к исчезновению отражений от  $\alpha_2$ -фазы, и в температурном интервале 800–850 °С сплав является двухфазным – ( $\beta + O$ ). В сплаве, содержащем 0,3 % Н, трехфазная ( $\beta + O + \alpha_2$ ) структура сохраняется во всем интервале температур от 1140 до 800 °С. С понижением температуры нагрева до 850 °С в сплаве с 0,4 % Н происходит изменение количественного соотношения фаз в сторону уменьшения количества  $\beta$ -фазы и увеличения доли интерметаллидных фаз, а при температуре 800 °С структура сплава является двухфазной ( $O + \alpha_2$ ), отражений от  $\beta$ -фазы обнаружено не было.

Таблица

Фазовый состав сплава ВТИ-4 с различным содержанием водорода  
в зависимости от температуры нагрева под закалку

Т, °С	Содержание водорода, масс. %				
	0,006	0,1	0,2	0,3	0,4
1200	B2	B2	B2	B2	B2 $\beta+(\alpha_2)^*$
1150	B2	B2	B2	B2	$\beta+(O+\alpha_2)^*$
1100	B2	B2	B2	$\beta+(\alpha_2)^*$	$\beta+(O+\alpha_2)^*$
			$\beta+(\alpha_2)^*$	$\beta+(O+\alpha_2)^*$	
1050	B2	B2	$\beta+(O+\alpha_2)^*$	$\beta+O+\alpha_2$	$\beta+O+\alpha_2$
1000	$\beta+O$	B2	$\beta+(O+\alpha_2)^*$	$\beta+O+\alpha_2$	$\beta+O+\alpha_2$
950	$\beta+O$	$\beta+O$	$\beta+O+\alpha_2$	$\beta+O+\alpha_2$	$\beta+O+\alpha_2$
900	$\beta+O$	$\beta+O$	$\beta+O+\alpha_2$	$\beta+O+\alpha_2$	$\beta+O+\alpha_2$
850	$\beta+O$	$\beta+O$	$\beta+O$	$\beta+O+\alpha_2$	$\beta+O+\alpha_2$
800	$\beta+O$	$\beta+O$	$\beta+O$	$\beta+O+(\alpha_2)^*$	$O+\alpha_2$

\* в скобках указаны фазы, представленные в сплаве в небольшом количестве

Снижение температуры нагрева сопровождается увеличением параметров решеток и атомных объемов  $\beta$ -, O- и  $\alpha_2$ -фаз, причем для  $\beta$ -фазы это изменение более значительно, что свидетельствует о растворении большей части водорода в ее решетке.

Таким образом, проведенные исследования показали, что после наводороживающего отжига с увеличением содержания водорода от исходного (0,006 %) до 0,2 % уменьшается объемная доля  $\beta$ -фазы, а структура сплава ВТИ-4 с 0,3 и 0,4 % Н представлена только О-фазой. При исследовании влияния температуры нагрева под закалку на изменение фазового состава и структуры сплава ВТИ-4 установлено, что дополнительное легирование водородом сплава способствует появлению  $\alpha_2$ -фазы и повышению стабильности О-фазы вследствие снижения термодинамической устойчивости В2-фазы, приводя к ее разупорядочению в процессе фазовых превращений при снижении температуры нагрева.

*Работа выполнена на оборудовании ресурсного центра коллективного пользования «Авиационно-космические материалы и технологии» МАИ.*

## ЛИТЕРАТУРА

1. Titanium and Titanium Alloys. Fundamentals and Applications / edited by Christoph Leyens, Manfred Peters // WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim. 2003. P. 514.
2. Полькин И. С. Интерметаллиды на основе титана / И. С. Полькин, О. Н. Гребенюк, В. С. Саленков // Технология легких сплавов. 2010. № 2. С. 5–15.
3. Состояние, проблемы и перспективы создания жаропрочных титановых сплавов для деталей ГТД / О. С. Кашапов [и др.] // Труды ВИАМ. 2013. № 3. URL: [http://viam-works.ru/ru/articles?art\\_id=20](http://viam-works.ru/ru/articles?art_id=20).
4. Водородная технология титановых сплавов / А. А. Ильин [и др.]. Москва : МИСиС, 2002. 392 с.
5. Ильин А. А. Механизм и кинетика фазовых и структурных превращений в титановых сплавах / А. А. Ильин. Москва : Наука, 1994. 304 с.
6. О влиянии водорода на диффузионную подвижность атомов металлической подрешетки  $\beta$ -фазы титановых сплавов / А. А. Ильин [и др.] // Металлы. 1994. № 5. С. 99–103.

***А. А. Коренев, В. В. Ушакова, С. В. Гриб\****

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

Научный руководитель – доц., канд. техн. наук *С. В. Гриб*

\**s.v.grib@urfu.ru*

## **ВЛИЯНИЕ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО НАГРЕВА НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА МОДИФИЦИРОВАННОГО СПЛАВА VST3553**

Методом РЭМ исследовано влияние продолжительности нагрева на микроструктуру, фазовый состав прутков модифицированного сплава VST3553, прошедших горячую деформацию. Показана взаимосвязь структуры с микротвердостью сплава.

*Ключевые слова:* горячая деформация, нагрев, микроструктура, микротвердость.

***A. A. Korenev, V. V. Ushakova, S. V. Grib***

## **INFLUENCE OF HIGH-TEMPERATURE HEATING ON THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF MODIFIED VST3553 ALLOYS**

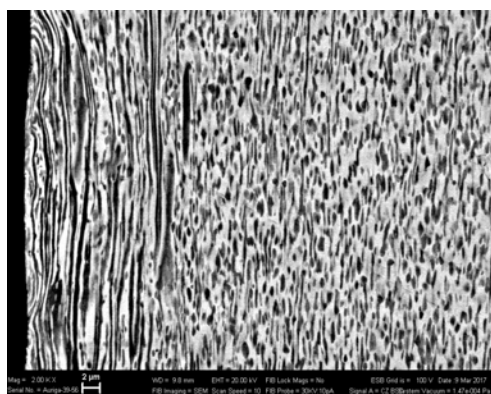
The influence of heating time on the microstructure, phase composition of the modified alloy VST3553 bars after hot deformation by the SEM method was studied. The relationship of the structure and microhardness of the alloy is shown.

*Keywords:* hot deformation, heating, microstructure, microhardness.

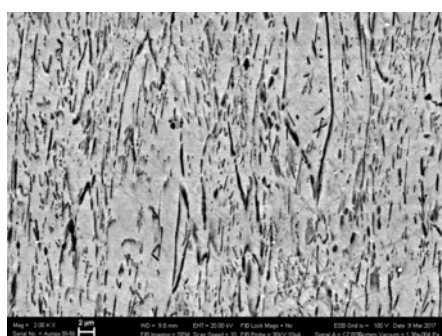
Целью настоящей работы является исследовать влияние длительности нагрева на структуру и свойства прутков модифицированного сплава VST3553 (дополнительно легированного цирконием и оловом) прошедших горячую деформацию. Основными методами исследования являются растровая электронная микроскопия (РЭМ), измерение твердости по Виккерсу методом микроиндентирования.

После горячей деформации структура сплава характеризуется сильной неоднородностью по сечению прутка. На периферии прутка наблюдаются сильно вытянутые по направлению деформации  $\beta$ -зерна, на границах которых первичная  $\alpha$ -фаза образует строчечную, а иногда и сплошную, оторочку (рис. 1, а). Зернограницные частицы достаточно крупные, в поперечном сечении их диаметр может составлять порядка 2 мкм. Внутри  $\beta$ -зерен наблюдаются более мелкие выделения  $\alpha$ -фазы, диаметром менее 0,5 мкм. Ширина зоны сильно деформированной

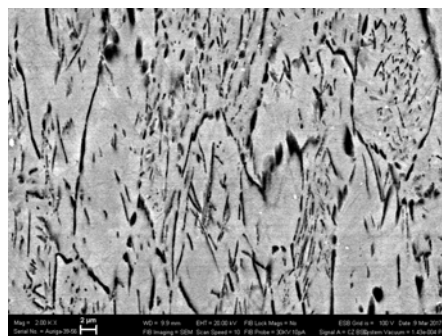
структуры составляет порядка 20...40 мкм. При смещении от края прутка на расстояние более чем 40 мкм, характер структуры несколько изменяется – исчезает явное различие между зернограницной и внутризеренной  $\alpha$ -фазой (рисунок 1, б). При дальнейшем смещении к центру прутка деформация  $\beta$ -зерен становится меньше и, как следствие, отчетливее видны внутризеренные выделения  $\alpha$ -фазы. Зернограницная  $\alpha$ -оторочка сохраняется (рис. 1, в). Подобный характер микроструктуры свидетельствует о том, что поверхностные объемы прутка претерпевают большую степень деформации, чем внутренние.



а



б



в

Рис. 1. Микроструктура модифицированного сплава VST3553 после горячей деформации (продольное сечение): а – край; б – середина; в – центр прутка

Проведение последующего нагрева 770 °С, 2...8 ч способствует протеканию процесса рекристаллизации по всему сечению прутка в тем большей степени, чем больше длительность выдержки. Форма новых недеформированных  $\beta$ -зерен стремиться к форме правильных многогранников, а частицы  $\alpha$ -фазы становятся более крупными (по-видимому, вследствие процесса коагуляции), распределяются преимущественно по границам новых недеформированных зерен и приобретают близкую к глобулярной форму (рисунок 2, а–е).



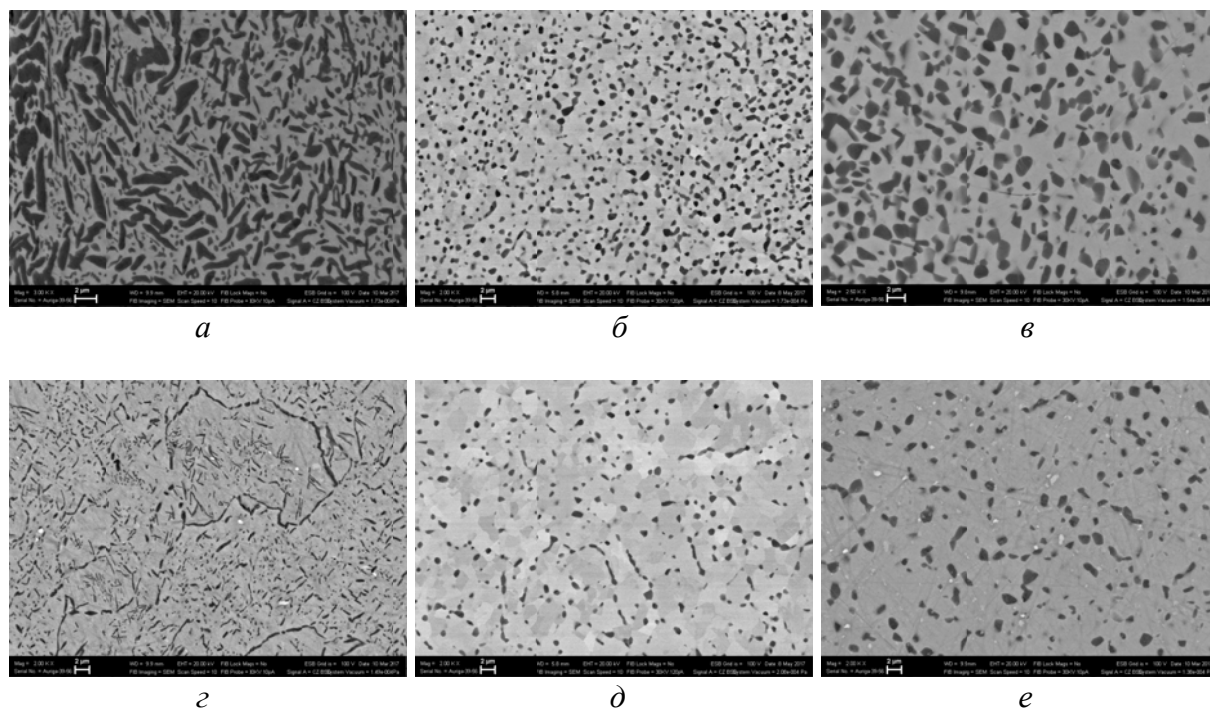


Рис. 2. Микроструктура модифицированного сплава VST3553 в поперечном сечении прутка после горячей деформации (а, г) и последующего нагрева 770 °С, 2 ч (б, д) и 8 ч (в, е): а, б, в – область края прутка; г, д, е – центр прутка

Следует отметить, что  $\alpha$ -фаза неравномерно распределяется по сечению прутка модифицированного сплава VST3553 после горячей деформации (рис. 3). Значения ее объемных долей с края и в центре прутка различаются в 2–3 раза. Это свидетельствует о том, что температура поверхностных объемов прутка была ниже, чем внутренних.

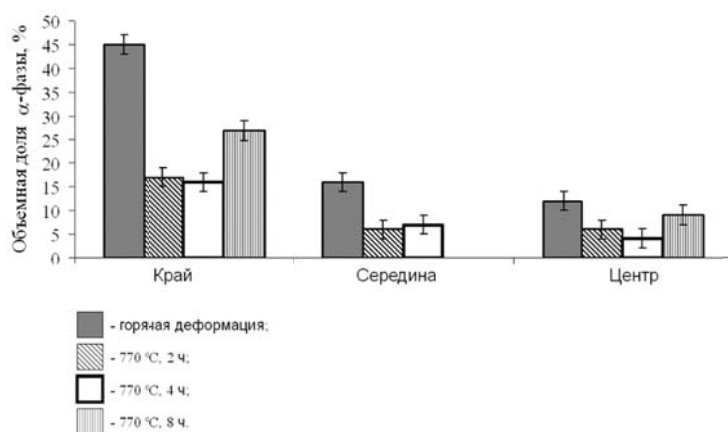


Рис. 3. Изменение объемной доли  $\alpha$ -фазы по сечению прутка модифицированного сплава VST3553 после горячей деформации и нагрева 770 °С 2, 4 и 8 ч

Последующий нагрев способствует, как общему снижению объемной доли  $\alpha$ -фазы в сплаве, что, по-видимому, обусловлено более



высокой температурой нагрева (770 °С) по сравнению с температурой деформации (порядка 750 °С), так и уменьшению разброса ее значений от края к центру – разброс значений по объемной доли составляет 33 % для горячекатаного состояния и 11–12 % для отжига в течение 2–4 часов. Наблюдаемое после 8-ми часовой выдержки некоторое увеличение объемной доли  $\alpha$ -фазы (до 27 % с края и до 9 % в центре прутка), по нашему мнению, обусловлено химической неоднородностью сплава по длине прутка, вызванное нейтральными упрочнителями (цирконием и оловом), которые, вследствие их низких коэффициентов диффузии, затрудняют диффузионное перераспределение остальных легирующих элементов.

Неоднородность микроструктуры модифицированного сплава VST3553 по сечению прутка оказывает существенное влияние на свойства сплава, в частности на микротвердость. Максимальное значение микротвердости имеет сплав после горячей деформации (352 HV) вследствие высокой плотности дефектов и большей объемной долей  $\alpha$ -фазы, по сравнению с состоянием после нагрева (2 ч – 318 HV, 4 ч – 331 HV, 8 ч – 329 HV). При этом в центре прутка твердость ниже, чем на его периферии – 348 и 358 HV соответственно (рис. 4, а). Проведение последующего нагрева до 770 °С с различным временем выдержки и охлаждением на воздухе приводит к общему снижению твердости и уменьшению разброса значений по сечению образца  $\Delta HV$ : горячая деформация – 33 HV; 2 ч – 24 HV; 4 ч – 29 HV; 8 ч – 25 HV (рис. 4, б). Некоторое увеличение микротвердости, а также разброса ее значений после нагрева в течении 4 часов по сравнению с 2 часами (рис. 4, а, б), возможно, обусловлено твердорастворным упрочнением вследствие растворения частиц  $\alpha$ -фазы, а более высокое значение микротвердости для 8-ми часовой выдержки по сравнению с 2-мя часами – химической неоднородностью, как было отмечено выше.

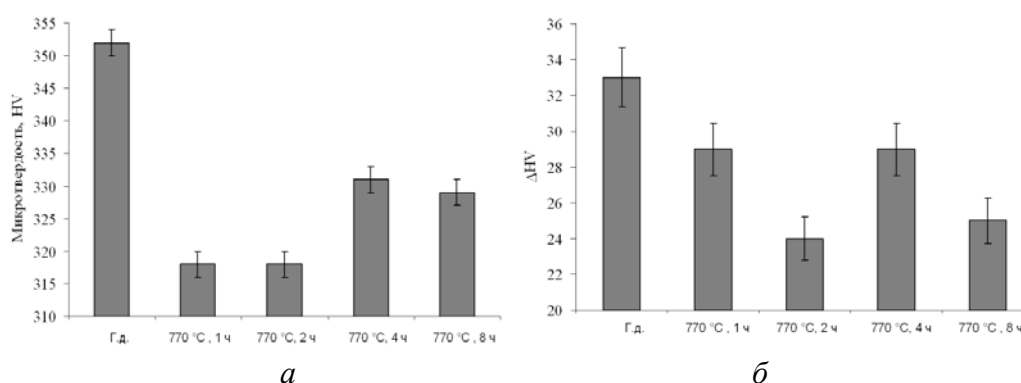


Рис. 4. Среднее значение микротвердости (а) и разброс ее значений (б) модифицированного сплава VST3553 после горячей деформации (г. д.) и нагрева до 770 °С с различным времени выдержки (2, 4, 8 ч)

Таким образом, неоднородность температурного и деформационного полей по сечению прутков при горячей деформации модифицированного сплава VST3553 приводит как к структурной, так и фазовой неоднородности, что, в свою очередь, вызывает анизотропию свойств, в частности, микротвердости, что может быть исправлено проведением последующего нагрева при 770 °С в течение 2 ч. Более длительные времена выдержек (более 2 ч) могут приводить к некоторому увеличению разброса значений микротвердости по сечению прутка вследствие более развитого процесса коагуляции частиц  $\alpha$ -фазы.

*В работе использованы результаты, полученные в лаборатории «Структурных методов анализа и свойств материалов и наноматериалов» Центра коллективного пользования УрФУ.*

**М. В. Рашковец<sup>\*</sup>, А. А. Ляпунова**

Новосибирский государственный технический университет, г. Новосибирск

<sup>\*</sup>*lipa\_04@mail.ru*

Научный руководитель – канд. техн. наук, доцент А. А. Никулина

## ПОЛУЧЕНИЕ ЖАРОПРОЧНЫХ НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ МЕТОДОМ ГЕТЕРОФАЗНОЙ ЛАЗЕРНОЙ ПОРОШКОВОЙ МЕТАЛЛУРГИИ

Разработка отечественных установок комплексных технологий аддитивного производства является актуальным направлением развития промышленности. Наиболее перспективным методом является аддитивная технология гетерофазной лазерной порошковой металлургии [1]. Различные режимы обработки при послойном (аддитивном) производстве за счет повторного термического влияния на материал оказывают различное воздействие на структуру получаемых изделий.

*Ключевые слова:* структура, никелевые сплавы, аддитивные технологии, гетерофазная лазерная порошковая металлургия.

***M. V. Rashkovets, A. A. Lyapunova***

## PRODUCTION OF HEAT-RESISTANT NICKEL-BASED ALLOYS BY THE METHOD OF HETEROPHASE LASER POWDER METALLURGY

The development of domestic devices of additive manufacturing is an actual trend in the development of industry. The most promising method is the additive technology of heterophase laser powder metallurgy [1]. Different operating parameters of additive manufacturing have a different effects on the structure of material due to layer-by-layer manner of obtains a products.

*Keywords:* structure, Ni-based alloys, additive manufacturing, heterophase laser powder metallurgy.

Структура является одним из основных критериев, отвечающих за механические свойства деталей ответственных деталей, создание которых целесообразно с использованием аддитивных технологий. Например, размер зерен оказывает влияние на скорость ползучести, механизм которой при высоких рабочих температурах обусловлен диффузией, которая в свою очередь снижается при увеличении размера зерна [2–3].

В работе рассмотрен жаропрочный сплав на основе никеля [4]. При формировании образцов варьировалась мощность лазерного излучения экспериментальной установки [5], изменение которых оказывало линейную зависимость на толщину выращиваемой стенки образца, при постоянных остальных рабочих параметрах [4]. Детальное изучение

структуры образцов показало строгий перпендикулярный рост зерен, содержащих оси первого порядка, относительно направления  $Y$  для первых слоев с наиболее активным отводом тепла в рабочую подложку (рис. 1, *а*). Разориентация роста зерен вдоль оси  $Y$  наблюдается в слоях, сформированных на ранее выращенных слоях в средней и верхней части образцов с пониженной скоростью охлаждения (рис. 1, *б*). Кроме того, вследствие более низкого температурного влияния дендриты среднего слоя имеют оси второго порядка, в отличие от слоев с повышенной теплопроводностью. Например, размер осей второго порядка со средним размером 12 мкм характерно для мощности 500 Вт и 18 мкм для 1000 Вт (рис. 2, *а*, *б*).

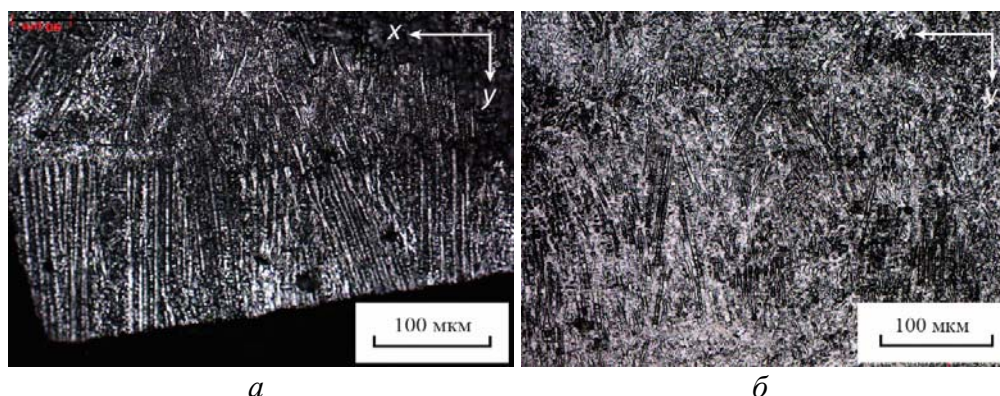


Рис. 1. Микроструктура продольного сечения образца: *а* – первые слои выращивания относительно подложки; *б* – средние слои выращивания относительно подложки

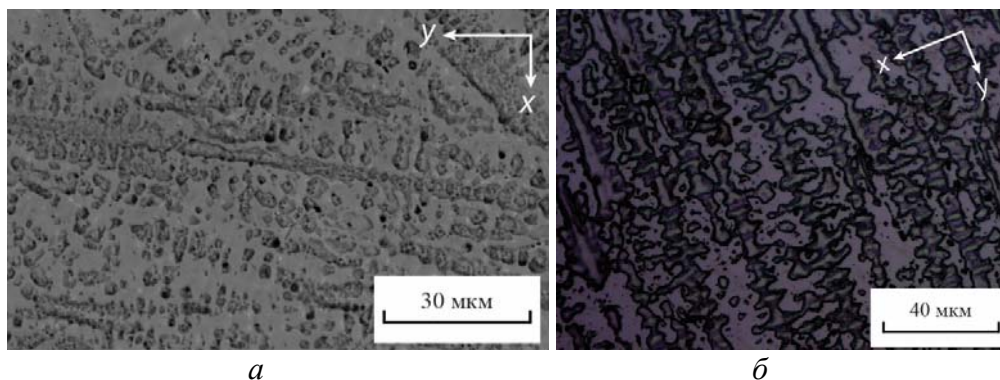


Рис. 2. Микроструктура продольного сечения образца: *а* – первые слои выращивания относительно подложки; *б* – средние слои выращивания относительно подложки

Согласно исследованиям, опубликованным в статье [6] расстояние между осями второго порядка дендритов увеличивается с уменьшением скорости сканирования. Так как в данном исследовании изменению подвергается мощность лазера при постоянных остальных параметрах, можно также предположить, что наличие осей второго порядка зависит не только от температурного влияния, но и от мощности лазерного излучения, рост которой приводит к увеличению расстояния между осями второго порядка. Таким образом, применяя режим с более высокой мощностью, в

зонах деталей с низким температурным влиянием будут формироваться крупные зерна со значительными размерами осей второго порядка. Меньшее расстояние между осями второго порядка при низкой мощности является положительным аспектом, так как мелкозернистая структура улучшает механические свойства в соответствии с теорией Холла–Петча (упрочнение структурными барьерами) [2].

Размер дендритов при малых мощностях в большей степени ограничивается пределами одного слоя, что подтверждается снимком со светового микроскопа на рис. 3 *а*, при увеличении мощности столбчатые зерна распространяются в пределах нескольких последовательных слоев (рис. 3, *б*). «Сквозной» рост столбчатого зерна обусловлен эпитаксиальным ростом первичного дендрита из частично переплавленных зерен ранее осажденного слоя, которые действуют как зародыши для направленного роста кристаллов.

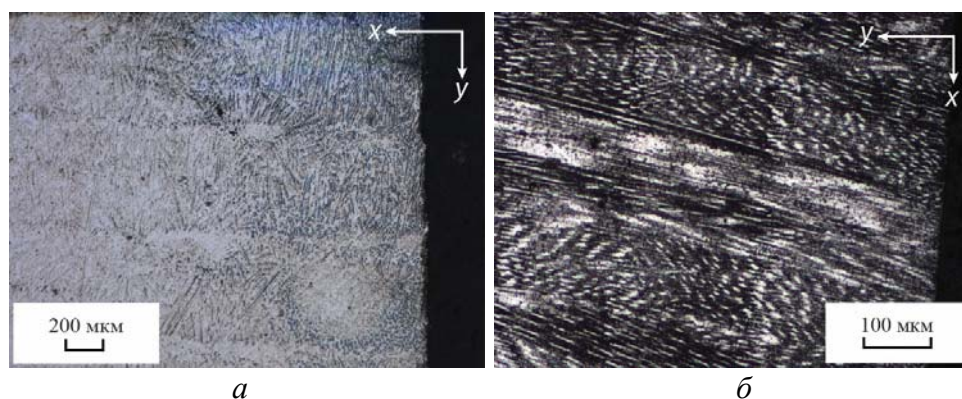


Рис. 3. Микроструктура продольного сечения образца: *а* – мощность лазерного излучения в 500 Вт; *б* – мощность лазерного излучения в 1500 Вт

В образцах, полученных при мощности 250 Вт, были выявлены неп полностью расплавившиеся частицы исходного материала с окаймляющими их порами (рис. 4, *а*), что может неблагоприятно влиять на механические свойства изделий.

При увеличении мощности до 500 Вт (рис. 4, *б*) наблюдается рост зерен с ориентацией, возникшей вследствие кристаллизации от частиц исходного порошка. Такая кристаллизация сплава по теоретическим расчетам СПБПУ характеризует изделия с высокими механическими свойствами [7].

Таким образом, наиболее благоприятными режимами мощности лазерного излучения при обработке никелевого сплава методом гетерофазной лазерной порошковой металлургии для получения изделий свободных от трещин и пор при постоянных остальных параметрах [4] являются 500, 750, 1000, 1200 Вт.



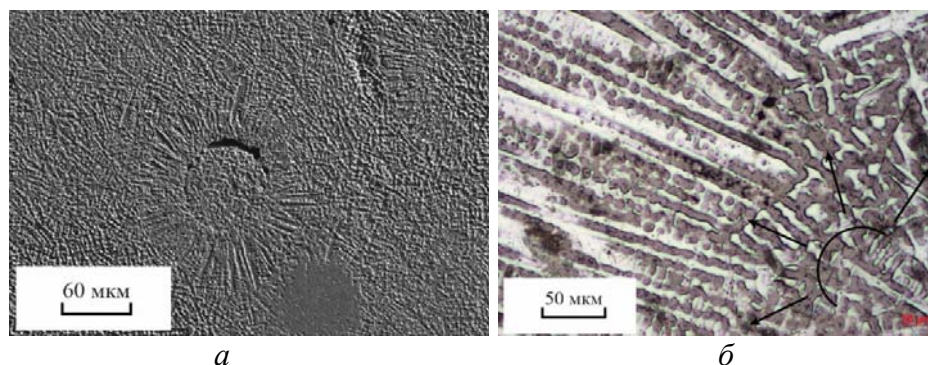


Рис. 4. Микроструктура продольного сечения образцов: *а* – неп полностью расплавившееся частицы порошка с порами, мощность 250 Вт; *б* – кристаллизация сплава от центров частиц порошка, мощность 500 Вт

*Исследования выполнены в ЦКП ССМ НГТУ.*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Technology of High-speed Direct Laser Deposition from Ni-based Superalloys / O. Klimova-Korsmik [et al.] // Physics Procedia. 2016. Vol. 83. P. 716–722.
2. Тушинский Л. И. Структурная теория конструктивной прочности материалов: Монография / Л. И. Тушинский. Новосибирск : Изд-во НГТУ. 2004. 400 с. («Монографии НГТУ»).
3. Гуляев А. П. Металловедение / А. П. Гуляев. Москва : Металлургия, 1986. 544 с.
4. Рашковец М. В. Особенности структуры и фазового состава материала, полученного высокоскоростным прямым лазерным выращиванием никелевого сплава / М. В. Рашковец, О. Э. Матц // сб. материалов XVII Международной научно-технической Уральской школы-семинара металлургов – молодых ученых, Екатеринбург, 5–9 декабря 2016 г., в 2 ч., т. 1. С. 334–337.
5. Babkin K. High-speed direct laser deposition: technology, equipment and materials / K. Babkin, E. Zemlyakov, V. Somov // All-Russian scientific-practical conference of young scientists, post-graduate students and students «Material handling: current problems and solutions». Yurga : Yurga Technological Institute (branch) ; Tomsk Polytechnic University, 2015. P. 56–61.
6. Nie P. Numerical modeling of microstructure evolution during laser additive manufacturing of a nickel-based superalloy / P. Nie, O. A. Ojo, Zh. Li // Acta Materialia. 2014. Vol. 77. P. 85–95.
7. Turichin G. Technological foundations of high-speed direct laser deposition of products by the method of heterophase powder metallurgy / G. Turichin // Fotonika, 2015. № 4. P. 68–83.

***В. В. Ушакова, А. А. Коренев, А. Г. Илларионов, С. В. Гриб\****

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

Научный руководитель – доц., канд. техн. наук *С. В. Гриб*

\**s.v.grib@urfu.ru*

## ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ ПРИ НЕПРЕРЫВНОМ НАГРЕВЕ МОДИФИЦИРОВАННОГО СПЛАВА VST3553

Исследована стабильность  $\beta$ -твердого раствора сплава VST3553, дополнительно легированного оловом и цирконием при его непрерывном нагреве методом терморентгенографии. Приведены данные по изменению периодов кристаллических решеток фаз в зависимости от температуры нагрева сплава, а также данные термогравиметрии.

*Ключевые слова:* терморентгенография, титановый сплав, непрерывный нагрев, термогравиметрия.

***V. V. Ushakova, A. A. Korenev, A. G. Illarionov, S. V. Grib***

## PHASE TRANSFORMATIONS OF THE MODIFIED ALLOY VST3553 UNDER HEATING

The stability of the  $\beta$ -solid solution of the VST3553 alloy additionally doped with tin and zirconium was studied with its continuous heating in the temperature range of 30...850 °C by non-ambient XRD. The data about periods of the crystal lattices of the phases depending on the heating temperature are presented as well as the data of thermogravimetry.

*Keywords:* non-ambient XRD, titanium alloy, continuous heating, thermogravimetry.

Известно [1], что одним из методов получения высокопрочного состояния в сплавах титана на основе  $\beta$ -фазы применяют упрочняющую термическую обработку (УТО), которая заключается в закалке на  $\beta$ -твердый раствор с последующим нагревом (старением), в ходе которого протекает  $\beta \rightarrow (\beta + \alpha)$ -превращение. Следует отметить, что устойчивость  $\beta$ -твердого раствора к распаду с образованием  $\alpha$ -фазы оказывает существенное влияние на значения механических свойств сплавов титана после УТО. В связи с чем, возникла необходимость в исследовании устойчивости  $\beta$ -фазы к распаду при непрерывном нагреве разработанного в ПАО «Корпорация ВСМПО-АВИСМА» сплаве титана VST3553 дополнительно легированного цирконием и оловом (алюминиевый

эквивалент составил 4,7 %). Модифицированный сплав VST3553 был подвергнут обработке на  $\beta$ -твердый раствор, которая заключалась в нагреве до 810 °C/с выдержкой 1 час с последующим охлаждением на воздухе. Основными методами исследования служили терморентгенография и термогравиметрия.

Запись терморентгенограмм осуществлялась на приборе Bruker D8 advance в фильтрованном медном  $K_{\alpha}$ -излучении, напряжение  $U = 40$  кВ, сила тока  $I = 40$   $\mu$ А с применением высокотемпературной камеры AntonPaar НТК 1200N в вакууме ( $10^{-2} \dots 10^{-3}$  Па). Диапазон исследуемых температур 30...850 °C. Интервал углов Вульфа-Брегга  $2\Theta = 30 \dots 90^{\circ}$ .

Запись кривой термогравиметрии исследуемого сплава с  $(\beta+\alpha)$ -структурой осуществлялась на приборе STA 449 C Jupiter со скоростью нагрева 20 °/мин, в защитной атмосфере аргона.

Данные терморентгенографии показали, что в температурном интервале 30...375 °C сплав находится в однофазном  $\beta$ -состоянии, фазовых превращений не происходит. Период решетки  $\beta$ -фазы несколько возрастает от 0,3251 до 0,3261 нм, что, возможно, обусловлено термическим расширением (рис. 1). В температурном интервале 375...500 °C происходит интенсивный распад  $\beta$ -фазы с образованием  $\alpha$ -фазы, в связи с чем, период решетки  $\beta$ -фазы уменьшается с 0,3261 до 0,3240 нм, что является

закономерным: в ходе  $\beta \rightarrow (\beta+\alpha)$ -превращения,  $\beta$ -твердый раствор обедняется по  $\alpha$ -стабилизатору алюминию и обогащается по  $\beta$ -стабилизаторам – ванадию, молибдену и хрому, а т. к. атомный радиус  $\beta$ -стабилизаторов меньше, чем у атома титана ( $R_{Ti} = 0,145$  нм,  $R_{Mo} = 0,140$  нм,  $R_V = 0,143$  нм,  $R_{Cr} = 0,128$  нм [2]), то это способствует сжатию кристаллической решетки  $\beta$ -фазы и уменьшению периода ее решетки.

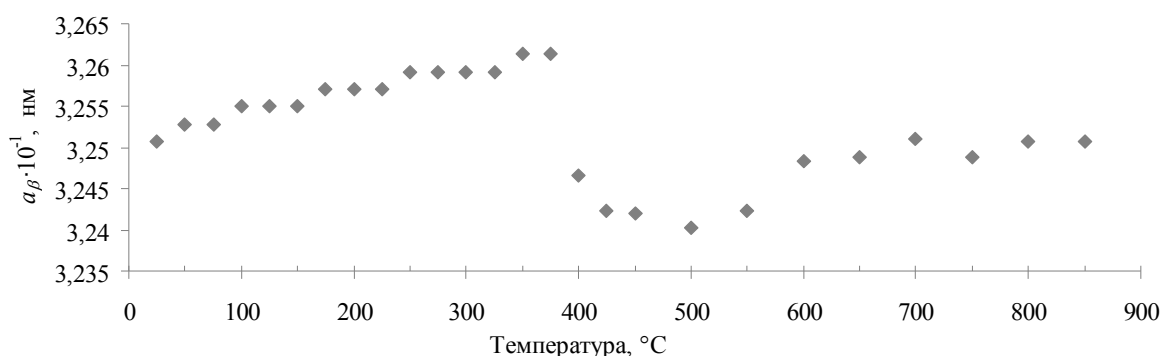


Рис. 1. Изменение периода решетки  $\beta$ -фазы в зависимости от температуры нагрева

Дальнейшее повышение температуры до 700 °C способствует повышению периода решетки  $\beta$ -фазы до 0,3251 нм, что, по-видимому,



обусловлено протеканием обратного превращения, связанного с растворением  $\alpha$ -фазы в  $\beta$ -матрице. Дальнейшее повышение температуры до 850 °С не оказывает существенного влияния на период решетки  $\beta$ -фазы.

Периоды решетки  $\alpha$ -фазы увеличиваются во всем температурном интервале ее существования – 400...850 °С:  $a_\alpha$  – 0,4664...0,4787 нм;  $c_\alpha$  – 0,2928...0,2975 нм (рис. 2). Это может быть связано как с термическим расширением решетки, так и с влиянием кислорода при более высоких температурах: кислород внедряясь в октаэдрические поры решетки  $\alpha$ -фазы способствует увеличению ее периодов.

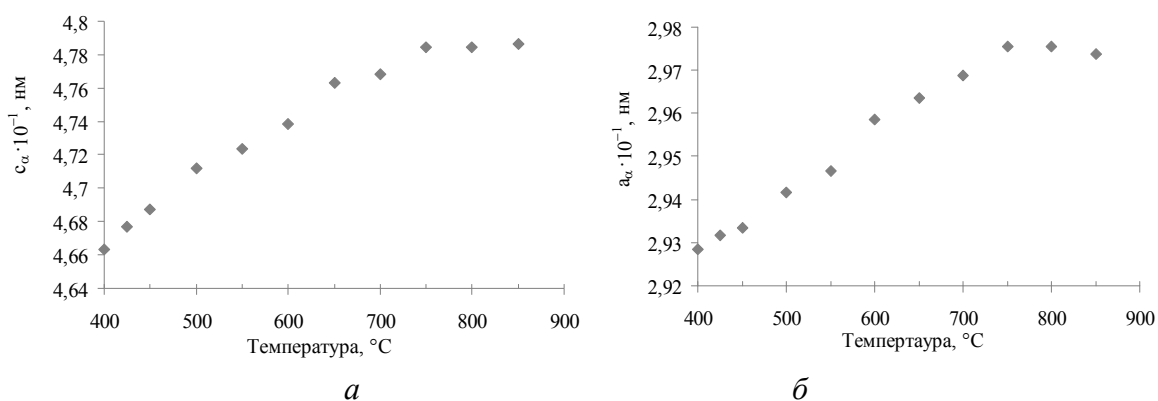


Рис. 2. Изменение периода решетки  $\alpha$ -фазы ( $a_\alpha$ ,  $c_\alpha$  – а, б, соответственно) в зависимости от температуры нагрева

Следует отметить, что согласно исследованиям [3], температура перехода в однофазное  $\beta$ -состояние модифицированного сплава VST3553 составляет порядка 800 °С. По нашему мнению, сохранение двухфазного ( $\beta$ + $\alpha$ )-состояния при нагреве вплоть до 850 °С способствует активное взаимодействие исследуемого сплава с кислородом (кислород стабилизирует  $\alpha$ -фазу [4]). Исходя из данных термогравиметрии (рис. 3, кривая 2) видно, что прирост массы образца в интервале температур 640...1000 °С составил порядка 0,3 %.

Кроме того, взаимодействие исследуемого сплава с кислородом делает затруднительным определение температуры полиморфного превращения по кривой ДСК (дифференциальная сканирующая калориметрия) – рис. 3, кривая 1. Отчетливо выделяются лишь два эндозффекта в интервале температур 510...790 и 790...850 °С, обусловленные растворением частиц  $\alpha$ -фазы в  $\beta$ -матрице – вторичных при более низких и первичных при более высоких температурах.

Таким образом, согласно данным терморентгенографии, установлено, что  $\beta$ -твердый раствор модифицированного сплава VST3553 в условиях непрерывного нагрева теряет стабильность к  $\beta \rightarrow (\beta + \alpha)$ -превращению при температуре выше 375 °С, а процесс распада завершается к 500 °С. При температурах выше 640 °С (по данным

термогравиметрии) кислород, как  $\alpha$ -стабилизатор, препятствует обратному  $(\beta+\alpha) \rightarrow \beta$ -превращению, что способствует сохранению  $(\beta+\alpha)$ -структуры при температурах нагрева 800...850 °С, превышающих температуру полиморфного превращения сплава.

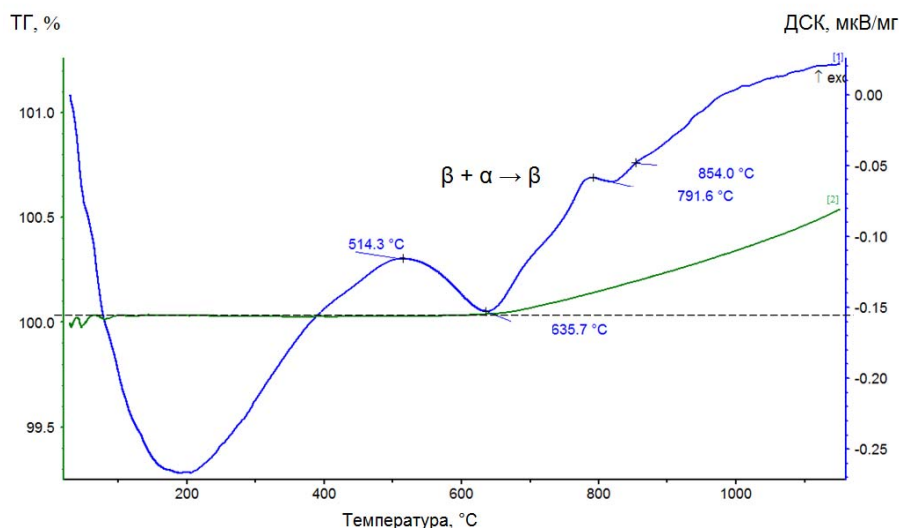


Рис. 3. Кривые ДСК (1) и термогравиметрии (2) модифицированного сплава VST3553 с  $(\beta+\alpha)$ -структурой

*В работе использованы результаты, полученные в лаборатории «Структурных методов анализа и свойств материалов и наноматериалов» Центра коллективного пользования УрФУ.*

## ЛИТЕРАТУРА

1. Колачев Б. А. Металловедение и термическая обработка цветных металлов и сплавов: учебник / Б. А. Колачев, В. А. Ливанов, В. И. Елагин. Москва : Металлургия, 1981. 413 с.
2. Металловедение и термообработка сплавов титанов. Структура и свойства / А. А. Попов [и др.]. Екатеринбург : УрФУ, 2012. 268 с.
3. Определение температуры полиморфного превращения модифицированного сплава VST3553 / В. В. Ушакова [и др.] // XVII Международная научно-техническая Уральская школа-семинар металлургов – молодых ученых: сб. в 2 ч. Ч. 1. Екатеринбург : УрФУ, 2016. С. 1202–1204.
4. Седова Д. А. Фазовые превращения при нагреве сплава эвтектоидного состава системы Ti-Cr / Д. А. Седова, И. А. Илларионов, С. В. Гриб // XVII Международная научно-техническая Уральская школа-семинар металлургов – молодых ученых: сб. в 2 ч. Ч. 1. Екатеринбург : УрФУ, 2016. С. 194–198.

**Л. С. Самсонова\*, Е. Ю. Приймак, С. Е. Крылова**

Оренбургский государственный университет, г.Оренбург

\*lybov44@mail.ru

## РАЗРАБОТКА РЕЖИМОВ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОЙ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ ВАЛКОВ ХОЛОДНОЙ ПРОКАТКИ ИЗ СТАЛИ 75X2СГФ

Работа посвящена выбору оптимального режима предварительной термической обработки стали 75X2СГФ, предназначенной для изготовления валков холодной прокатки. Произведена оценка целесообразности проведения двойной нормализации. По результатам исследований определен оптимальный режим предварительной термической обработки валкой холодной прокатки из стали 75X2СГФ, обеспечивающий устранение карбидной неоднородности и получение однородной мелкозернистой структуры.

*Ключевые слова:* нормализация, отпуск, карбидная неоднородность, карбидная ликвация, размер зерна, твердость, ударная вязкость.

***L. S. Samsonova, E. Y. Priymak, S. E. Krylova.***

## SELECTION OF THE OPTIMAL THERMAL CONDITION OF PRELIMINARY THERMIC TREATMENT OF STEEL 75H2SGF

Work is devoted to the selection of the optimal thermal condition of preliminary thermic treatment of steel 75H2SGF which is intended for production of roolls of cold rolling. In work the assessment of expediency of carrying out double normalization is made. According to results of researches, the optimal condition of preliminary thermal treatment of milling of cold rolling consist of steel 75H2SGF, which secures elimination of carbide heterogeneity receiving uniform fine-grained structure has been defined.

*Keywords:* normalization, tempering, carbide heterogeneity, carbide likvation, grain size, hardness, impact resilience.

При производстве валков холодного проката одной из основных целей является получение однородной мелкозернистой структуры и мелких размеров распределенных карбидов перед закалкой токами промышленной частоты, то есть подготовка структуры для получения твердости от 95 до 105 HSD и глубины закаленного слоя не менее 20 мм. Несмотря на то, что необходимые эксплуатационные свойства валков (высокая твердость, износостойкость, контактно – усталостная прочность и

долговечность) формируются в процессе окончательной термообработки (закалка токами повышенной частоты), роль предварительной термообработки достаточно велика.

На рис. 1 предоставлена структура исследуемой стали 75Х2СГФ после технологической операцииковки в интервале температур от 750 °С до 800 °С. В процессековки происходит значительная пластическая деформация стали.

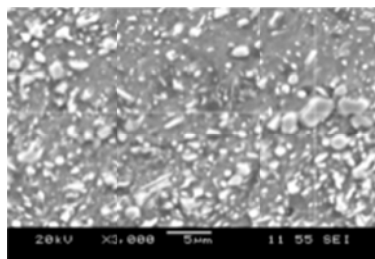


Рис. 1. Микроструктура стали 75Х2СГФ послековки при температуре от 750 °С до 800°С

Структура представляет собой зернистый перлит с карбидной сеткой от 1 балла до 2 баллов и карбидной неоднородностью 1–2, участками 3 балла. На рис. 2 представлен излом стали послековки.



Рис. 2. Излом образца из стали 75Х2СГФ послековки

Из рисунка видно, что излом в основном хрупкий: имеет небольшую шероховатость, светлый цвет, кристаллическое строение с металлическим блеском; утяжка вблизи поверхности излома практически отсутствует. Также на поверхности излома имеются бороздки, что указывает на наличие признаков макропластической деформации. Твердость послековки составила 27 HRC, что не соответствует требованиям по твердости. Перед упрочняющей термической обработкой, с целью обеспечения интенсивного развития диффузионных процессов, способствующих устранению химической и структурной неоднородности, а также с целью снижения твердости и уровня остаточных напряжений, предупреждения флокенообразования и обеспечения удовлетворительной технологичности металла при механической обработке применяли сфероидизирующий отжиг по следующему режиму: температура нагрева составила 800 °С, выдержка при данной температуре 4 часа, охлаждение проводили с печью до 600 °С, затем на воздухе.

Металлографические и дюрOMETрические исследования отожженной стали показали, что данный режим отжига позволил получить структуру зернистого перлита с распределенными в ней карбидными включениями с твердостью 22 HRC (рис. 3).

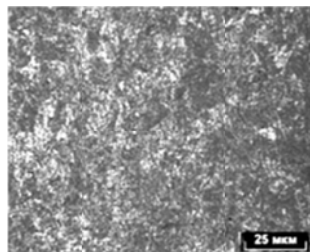


Рис. 3. Микроструктура стали 75X2СГФ послековки и отжига

Таким образом, проведение сфероидизирующего отжига позволило устранить химическую и структурную неоднородность поковки из стали 75X2ГСФ.

Оптимальные свойства стали послековки и отжига в полной мере могут быть получены только в процессе термической обработки, формирующей необходимую структуру, твердость и комплекс других эксплуатационных характеристик. Ее проводят для устранения остатков карбидной сетки, измельчения карбидов и образования структуры зернистого перлита, обеспечивающего получение более мелкозернистого и менее легированного аустенита. Для исследуемой стали была проведена нормализация при температурах 800, 850, 900, 950 и 970 °С, выдержка при каждой температуре составила два часа, охлаждение на воздухе.

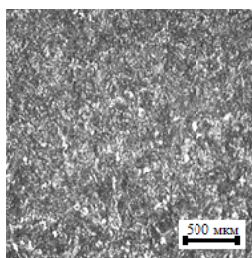


Рис. 4. Микроструктура стали после нормализации 800 °С (перлит зернистый, сорбит, карбиды, карбидная сетка 2–3 балла)

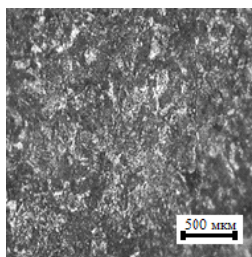


Рис. 5. Микроструктура стали после нормализации 900 °С (перлит зернистый, сорбит, карбиды, карбидная сетка 1 балл)

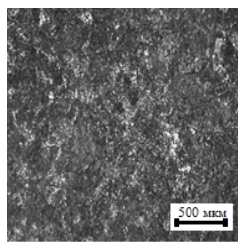


Рис. 6. Микроструктура стали после нормализации 970 °С (перлит зернистый, сорбит, карбиды, карбидная сетка отсутствует)

Проведенные режимы термической обработки обеспечивают формирование в стали смешанного типа структуры: перлита зернистого, сорбита и карбидов. С повышением температуры нормализации происходят структурные изменения, связанные с растворением карбидной фазы и уменьшением ее количества по сечению образца. При растворении карбидной фазы происходит насыщение аустенита углеродом и легирующими элементами. При температурах нормализации от 800 °С до 900 °С карбидная сетка не превышает 3 балла, карбиды не скоагулированные, наблюдается частичная коагуляция карбидных включений, участков с карбидной сеткой по границам первичного зерна не выявлено. При высоких температурах нормализации 970 °С карбидная сетка полностью растворяется. Карбидная ликвация отсутствует.

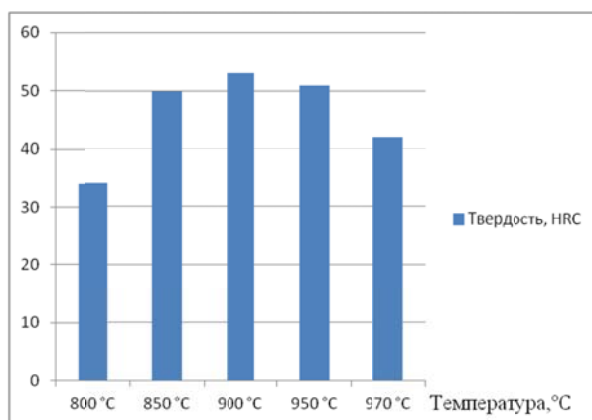


Рис. 7. Зависимость твердости стали от температуры нормализации

Анализ данных показал, что с повышением температуры нормализации с 800 °С до 900 °С происходит монотонное увеличение твердости (с 34 HRC до 53 HRC), это обусловлено повышением содержания углерода в аустените за счет растворения карбидов. Далее идет снижение твердости (от 51 до 42 HRC), что видимо, связано с некоторым ростом зерна аустенита и коагуляцией карбидной фазы. Наибольшие значения твердости от 51 HRC до 53 HRC отмечены при температурах нормализации от 900 °С до 950 °С.

Комплекс механических свойств валков холодной прокатки существенно зависит от величины аустенитного зерна, получаемого при нагреве под закалку или нормализацию. Наиболее благоприятной является однородная мелкозернистая структура. В связи с этим исследование склонности сталей к росту аустенитного зерна при нагреве является важной задачей при выборе режимов термической обработки.

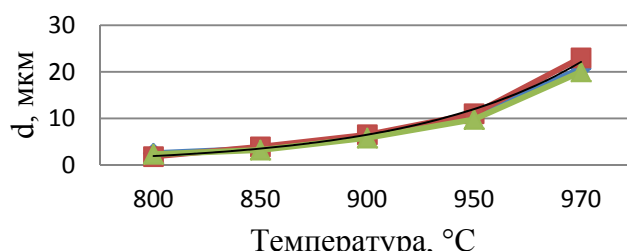


Рис. 8. Зависимость среднего условного аустенитного зерна от температуры нагрева под нормализацию

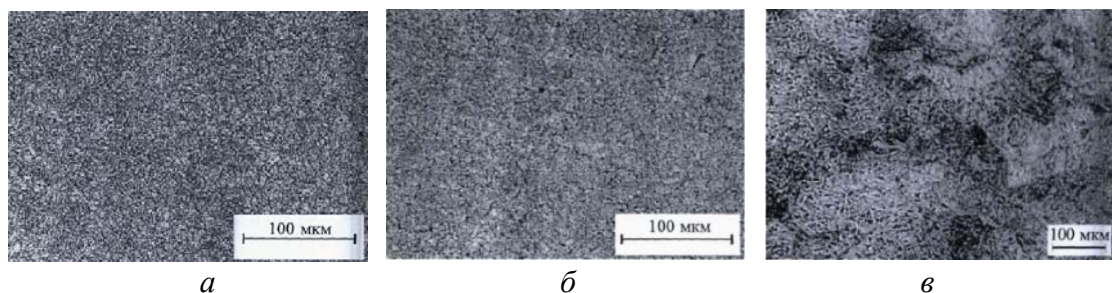


Рис. 9. Аустенитное зерно исследуемых сталей после нормализации от различных температур: а – 800 °C; б – 900 °C; в – 970 °C

Анализ полученных данных показывает, что при температурах нормализации от 800 °C до 900 °C размер зерна не превышает 6 мкм, при температуре 950 °C размер зерна составляет около 10,6 мкм, и при температуре 970 °C наблюдается наиболее интенсивный рост зерна до значения 18,8 мкм.

Таким образом, исходя из анализа структурных характеристик исследуемой стали при различных температурах нормализации, оптимальной является температурой 950 °C, при которой происходит растворение карбидной сетки, формирование структуры зернистого перлита наряду с обеспечением наиболее высокой твердости.



**Ю. А. Расковалова<sup>\*</sup>, В. В. Березовская, С. Б. Михайлов**

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

<sup>\*</sup>*raskovalovaja@gmail.com*

## ВЛИЯНИЕ ХОЛОДНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ НА ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ В ВЫСОКОАЗОТИСТОЙ АУСТЕНИТНОЙ СТАЛИ 07X16AG13M3

Проведены дилатометрические исследования фазовых превращений, протекающих в интервале температур 20–1200 °С в промышленной высокоазотистой (0,82 масс. % N) аустенитной Cr–Mn–Mo-стали после комбинированной упрочняющей обработки, включающей закалку, а также закалку с последующей холодной пластической деформацией. Показано, что ХПД активизирует процесс распада и фазовых переходов аустенита по сравнению с закаленным состоянием.

*Ключевые слова:* высокоазотистая сталь, холодная пластическая деформация, гомогенный распад, мартенсит деформации, эвтектоидное превращение.

***Y. A. Raskovalova, V. V. Berezovskaya, S. B. Mikhailov***

## EFFECT OF COLD PLASTIC DEFORMATION ON PHASE TRANSFORMATIONS IN HIGH-NITROGE AUSTENITIC STEEL 07X16AG13M3

Dilatometric studies of phase transformations taking place in the temperature range of 20–1200 °C in industrial high-nitrogen (0.82 wt % N) austenitic Cr–Mn–Mo steel after combined hardening treatment including quenching and quenching followed by cold plastic deformation were carried out. It is shown that CPD activates the process of decomposition and phase transitions of austenite in comparison with the quenched state.

*Keywords:* high-nitrogen steel, cold plastic deformation, homogeneous decomposition, martensite deformation, eutectoid transformation.

В настоящее время не вызывает сомнения целесообразность и перспективность легирование сталей азотом, что обусловлено комплексом их свойств: высокой прочностью и коррозионной стойкостью, немагнитностью и стабильностью аустенитной структуры в широком интервале температур, и позволяет значительно расширить диапазон свойств и использования материала [1, 2].



Однако в основном имеющиеся в литературе публикации посвящены вопросам влияния и оптимизации химического состава сталей, значительно меньше работ посвящено исследованиям структуры и фазовых превращений в высокоазотистых аустенитных сталях (ВАС) [3, 4]. Недостаточно внимания уделено и исследованиям влияния ХПД на структуру и фазовые превращения ВАС.

В данной работе исследовали промышленную аустенитную коррозионностойкую сталь 07X16АГ13М3 (химический состав, масс. %: С 0,07; Si 0,71; Mn 12,76; Cr 16,16; Ni 0,11; Mo 3,24; N 0,82; V 0,05; P 0,015; S 0,007; Fe – остальное), выплавленную методом электрошлакового переплава под высоким давлением азота. Исходной обработкой стали была горячая пластическая деформация (ГПД) ковкой при 1220–1200 °С с последующими отжигом заготовок в течение часа при 1150 °С и закалкой в воде. В качестве дальнейшей упрочняющей обработки использовали холодную пластическую деформацию (ХПД) прокаткой заготовок в калибрах при комнатной температуре со степенью обжатия 53 %, соответствующей истинной деформации  $\epsilon = 0,8$ .

Металлографические исследования ВАС 07X16АГ13М3 показали, что после горячей деформации в структуре стали (рис. 1, а) рекристаллизационные процессы не были полностью завершены, наблюдались полосы скольжения, искривленность границ зерен. После отжига при 1150 °С процессы рекристаллизации завершились, наблюдалась однородная аустенитная структура с зернами полиэдрической формы, размер которых практически не изменился по сравнению с горячедеформированным состоянием (рис. 1, б). После ХПД со степенью 53 % (рис. 1, в) в структуре стали наблюдались полосы скольжения высокой плотности; волокнистая структура и мартенсит деформации этим методом не выявлены.

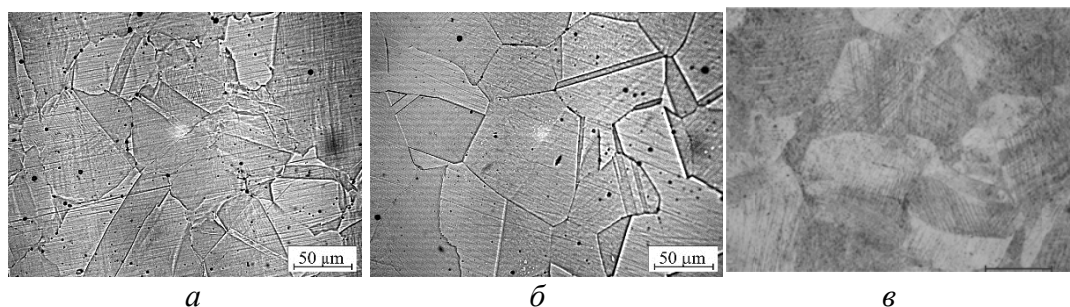


Рис. 1. Микроструктура стали 07X16АГ13М3: а – после ГД 1220–1200 °С; б – закалки от 1150 °С; в – закалки + ХПД

Результаты электронно-микроскопических исследований структуры стали 07X16АГ13М3 после изученных режимов термической и термопластической обработки показаны на рис. 2. На кольцевой

электронограмме общей дифракции электронов закаленной от 1150 °С стали выявлены только линии аустенита (рис. 2, а), отдельные зерна которого имеют полигональную структуру. Выделений избыточных фаз на границах и в теле зерна не выявлено (рис. 2, б). В структуре деформированной стали наблюдалась высокая плотность неравномерно распределенных дислокаций и деформационных двойников; в местах пересечения двойников выявлены единичные кристаллов  $\alpha'$ -мартенсита (рис. 2, в), о чем свидетельствуют слабые рефлекссы ОЦК-фазы на микроэлектронограмме (рис. 2, г). В работе [7] было показано, что сдвиг в кристаллической решетке аустенита стали 07X16АГ13М3 при ХПД протекает как путем скольжения, так и двойникования, при этом двойникование вносит основной вклад в повышение пластичности стали.

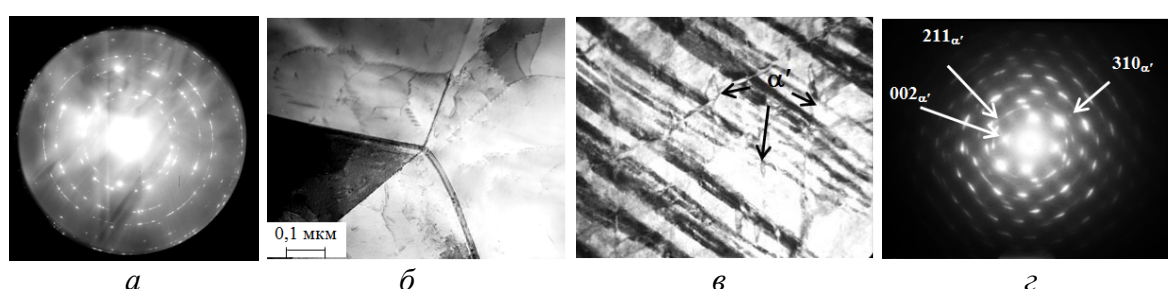
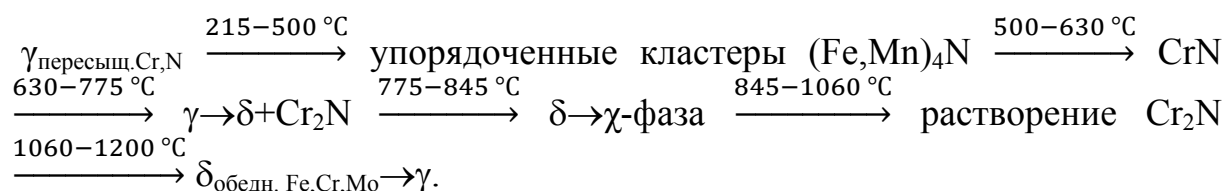


Рис. 2. Структура стали 07X16АГ13М3 после закалки от 1150 °С (а, б) и после комбинированной термопластической обработки (в, г): а, в – общая дифракция электронов; б, г – структура аустенита

Дилатограмма стали 07X16АГ13М3 в исходно аустенитном состоянии после закалки от 1150 °С получена при нагреве с печью ( $V_{\text{нагр.}} = 0,18$  °С/сек) и охлаждения на воздухе ( $V_{\text{охл.}} = 3,5$  °С/сек) – рис. 3. Размерный эффект при нагреве и охлаждении оценивали величиной температурного коэффициента линейного расширения (ТКЛР), который характеризует относительное изменение объёма тела, происходящее в результате изменения его температуры на 1 К при постоянном давлении. С учетом ранее проведенных структурных исследований [5], диаграммы фазового равновесия [6] и литературных данных [7], нагрев в печи дилатометра приводит к следующим фазовым превращениям в стали:



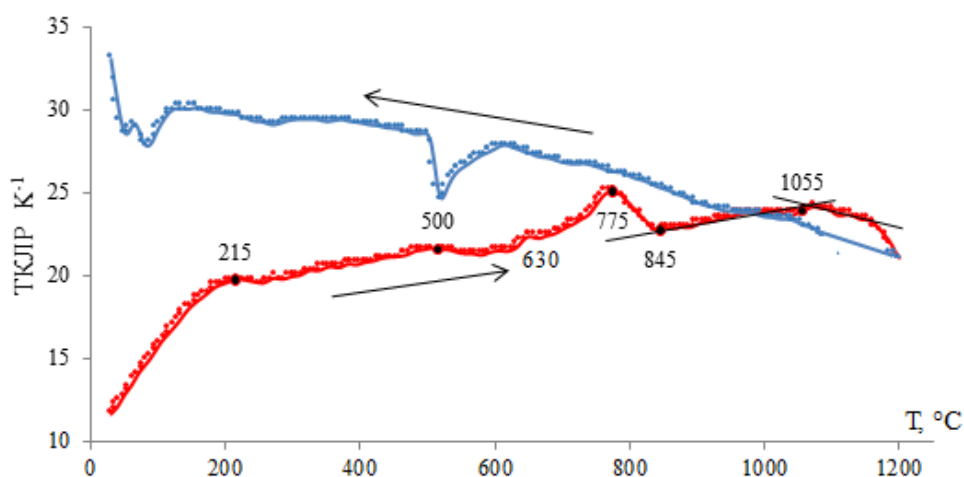


Рис. 3. Дилатограмма стали 07X16AG13M3 после закалки от 1150 °C

При охлаждении превращение, обратное эвтектоидной реакции  $\gamma \rightarrow \delta + \text{Cr}_2\text{N}$ , которое при нагреве имело место при 775 °C, протекает при 500 °C.

Дилатометрический анализ исследованной ВАС, имеющей в структуре после закалки от 1150 °C и ХПД единичные кристаллы деформационного  $\alpha'$ -мартенсита [7] – рис. 2, в, г, проведен в тех же условиях нагрева и охлаждения, результаты показаны на рис. 4.

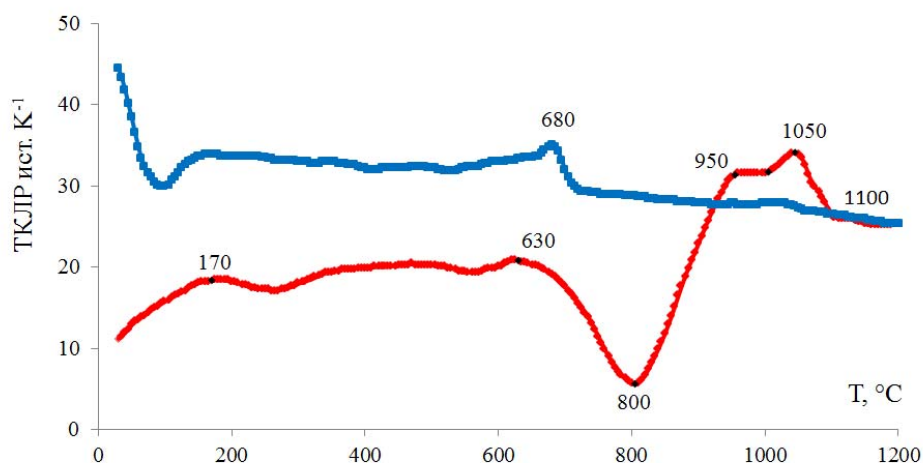
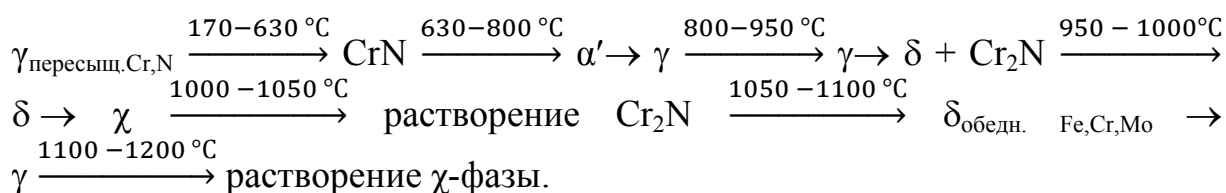


Рис.4. Дилатограмма стали 07X16AG13M3 после закалки от 1150 °C и ХПД

Полученные дилатометрические эффекты с учетом ранее проведенных исследований можно объяснить следующими фазовыми превращениями:



В данном случае процесс выделения нитридов CrN начинается и завершается при более низких температурах; обратное  $\alpha' \rightarrow \gamma$  деформационного мартенсита предшествует эвтектоидному превращению, из-за чего последнее смещено в область более высоких температур почти на 170 °С. При охлаждении деформированной стали после дилатометрического нагрева температура обратного превращения  $\delta + \text{Cr}_2\text{N} \rightarrow \gamma$  также смещается в область более высоких температур на 180 °С.

Таким образом, холодная пластическая деформация ВАС 07Х16АГ13М3 ускоряет процесс выделения нитридов CrN; в присутствии деформационного мартенсита температура полиморфного превращения  $\gamma \rightarrow \delta + \text{Cr}_2\text{N}$  смещается при нагреве и охлаждении в область более высоких температур. Кроме того, несмотря на образование  $\delta$ -феррита при нагреве стали, после охлаждения аустенитная структура сохраняется, благодаря обратному полиморфному превращению, согласно  $\gamma \rightleftharpoons \delta + \text{Cr}_2\text{N}$ .

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Шпайдель М. О. Новые азотосодержащие аустенитные нержавеющие стали с высокими прочностью и пластичностью / М. О. Шпайдель // *МиТОМ*. 2005. № 11. С. 9–13.
2. Balachandran G. Development of high nitrogen steel materials / G. Balachandran // *Proceedings of 11<sup>th</sup> International conference «High Nitrogen Steels and Interstitial Alloys» (HNS 2012)*. Chennai. 2013. P. 41–62.
3. The microstructure of Fe–18%Cr alloys with high N contents / Y. Ustinovshikov [et al.] // *Acta mater.* 1996. 44 (3). P. 1119–1125.
4. Microstructure and properties of the high-nitrogen Fe-Cr austenite / Y. Ustinovshikov [et al.] // *Mater. Sci. eng. A*. 1999. Vol. 262(1–2). P. 82–87.
5. Влияние деформации на структуру, механические и коррозионные свойства высокоазотистой аустенитной стали 07Х16АГ13М3 / В. В. Березовская [и др.] // *Металлы*. 2013. № 6. С. 54–62.
6. Соколовская Ю. А. Определение температурного интервала рекристаллизации на основе структурных исследований аустенитной высокоазотистой Cr–Mn–Mo-стали / Ю. А. Соколовская, В. В. Березовская // *Металлы*. 2015. № 2. С. 48–53.
7. Bottger A. J. Order-disorder transitions in high-nitrogen steels: from ab-initio to statistical thermodynamics / A. J. Bottger, D. E. Nanu, A. Marashdeh // *In Proceedings of 10<sup>th</sup> International Conference on High Nitrogen Steels (MISiS, Moscow)*. 2009. P. 31–34.

**К. А. Мамчиц<sup>\*</sup>, Ю. А. Расковалова**

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

<sup>\*</sup>*ksenija.alejandrovna@gmail.com*

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук В. В. Березовская

## ФОРМИРОВАНИЕ СТРУКТУРЫ ВЫСОКОАЗОТИСТОЙ СТАЛИ 07X16AG13M3 В ПРОЦЕССЕ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ

Исследована структура высокоазотистой (0,40 % N) Cr–Mn–Mo-стали, сформированная в результате термической обработки по разным схемам закалки и старения. Показано, что аустенит исследованной стали в процессе термической обработки претерпевает распад с образованием нитридов и  $\chi$ -фазы, а также полиморфное  $\gamma \rightarrow \delta$ -превращение, характер и степень которых зависят от режима термической обработки.

*Ключевые слова:* высокоазотистая сталь, аустенит, нитриды CrN и Cr<sub>2</sub>N,  $\chi$ - и  $\delta$ -фаза, микротвердость, дилатометрия, рентгеноструктурный фазовый анализ.

**К. А. Mamchits, Y. A. Raskovalova**

## FORMATION OF THE STRUCTURE OF HIGH NITROGEN STEEL 07X16AG13M3 DURING HEAT TREATMENT

The structure of high-nitrogen (0.40 % N) Cr–Mn–Mo steel, formed as a result of heat treatment in different quenching and aging schemes was investigated. It is shown that the austenite of the investigated steel undergoes decomposition during the thermal treatment with the formation of nitrides and the  $\chi$ -phase, as well as polymorphic  $\gamma \rightarrow \delta$ -transformation, the nature and degree of which depend on the thermal treatment regime.

*Keywords:* high-nitrogen steel, austenite, nitrides CrN and Cr<sub>2</sub>N,  $\chi$ - and  $\delta$ -phase, microhardness, dilatometry, X-ray structural phase analysis.

Аустенитные Cr–Mn–Mo-стали с содержанием азота  $\geq 0,4$  %<sup>\*</sup> характеризуются наилучшим сочетанием прочности, вязкости и сопротивления локальным видам коррозии в ряду с другими аустенитными сталями [1, 2]. Они не содержат дорогостоящего никеля, обладают гемосовместимостью и безопасны для медицинского применения [3–5].

В работе исследовали промышленную сталь 07X16AG13M3 химического состава, (масс. %): С 0,07; Si 0,71; Mn 12,76; Cr 16,16; Ni 0,11;

---

<sup>\*</sup>Содержание легирующих элементов приводится в % по массе.

© Мамчиц К. А., Расковалова Ю. А., Березовская В. В., 2017

Mo 3,24; N 0,40; V 0,05; P 0,015; S 0,007; Fe – остальное, выплавленную методом электрошлакового переплава под давлением азота. После горячей пластической деформации прокаткой при 1220–1250 °С сталь подвергали отжигу в течение 1 ч при температурах 1000, 1050, 1100 и 1150 °С с закалкой в воде и тепловым выдержкам в течение 1 и 2 часов при 300, 500, 600, 700 и 800 °С.

Микроструктуру стали изучали на оптическом микроскопе Альтами Мет1 при поддержке программы Altami Studio. Исследование фазового состава стали проводили в медном  $K_{\alpha}$ -излучение на рентгеновском дифрактометре Rigaku Miniflex 600 с программным обеспечением PDXL. Микротвёрдость по методу Виккерса измеряли с помощью твердомера Akashi AVK при нагрузке 5 кг. Проводили также дилатометрические исследования и механические испытания образцов с использованием машины Instron 8801.

Показано, что в закаленном состоянии твердость стали 07X16AG13M3 тем больше, чем выше температура закалки. Закалка от 1000 °С практически не влияет на твердость, в то время как закаленные от более высоких температур 1050, 1100 и 1150 °С образцы показали немонотонный ход кривой твердости при заметном упрочнении при 300 °С, которое уменьшалось при повышении температуры закалки. После восстановления свойств при 600 °С, наблюдался небольшой рост твёрдости при нагреве до 800 °С, причем у образца, закаленного от 1100 °С, при 700 °С выявлен небольшой максимум (рис. 1). Наименьшую твёрдость показал закалённый от 1150 °С образец при общем приросте его твердости на 32 единицы HV5.

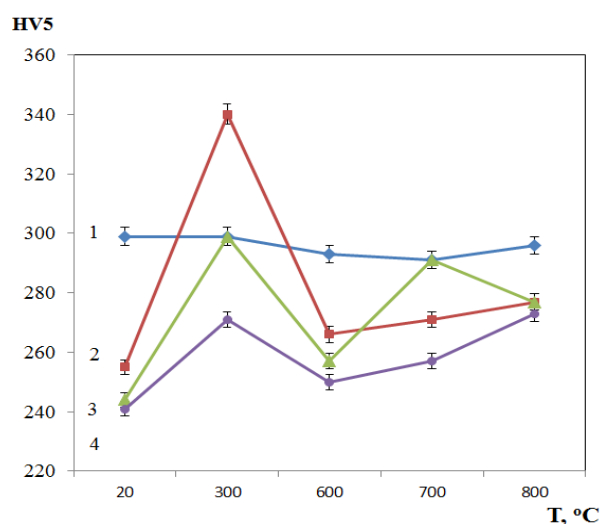


Рис. 1. Зависимость твердости стали 07X16AG13M3 от температуры старения после закалки в воде от: 1 – 1000; 2 – 1050; 3 – 1100; 4 – 1150 °С

Дилатометрические исследования закаленного от 1050 °С образца с учетом ранее проведенных ПЭМ-исследований показали, что при нагреве до 700 °С в исследованной стали никаких фазовых превращений не происходило, кроме гомогенного распада аустенита с образованием нитрида CrN, сопровождающегося задержкой теплового расширения стали при 500–700 °С. В интервале температур 700–830 °С на дилатограмме отмечался положительный размерный эффект, проявляющийся в результате двух-стадийного полиморфного превращения. I стадия – распад аустенита по границам зерен с образованием нитрида  $\text{Cr}_2\text{N}$  с одновременным полиморфным превращением обедненного азотом и хромом аустенита по реакции  $\gamma_{\text{обедн.}} \rightarrow \delta$  (700–790 °С). II стадия – полиморфное превращение аустенита исходного состава в объеме зерна  $\gamma \rightarrow \delta$  с выделением из  $\delta$ -феррита  $\chi$ -фазы. После нагрева на 900 °С и охлаждения до комнатной температуры в образце был отмечен положительный размерный эффект, равный  $\Delta l/l_0 = 0,10\%$  (рис. 2).

Металлографические исследования стали 07X16AG13M3 после закалки от 1000 °С выявили неоднородную структуру, состоящую из аустенита и  $\delta$ -феррита с не растворившимися в нем продуктами распада (рис. 3, а). После 2-часовой тепловой выдержки при 700 °С в результате выделения нитридов (рис. 3, з), как было показано дилатометрическими исследованиями, прошло полиморфное превращение  $\gamma \rightarrow \delta$  и, как показано ранее [6], выделение из феррита  $\chi$ -фазы. Старение при 800 °С привело к развитию процессов распада аустенита по прерывистой реакции с образованием нитридов и  $\chi$ -фазы (рис. 3, ж).

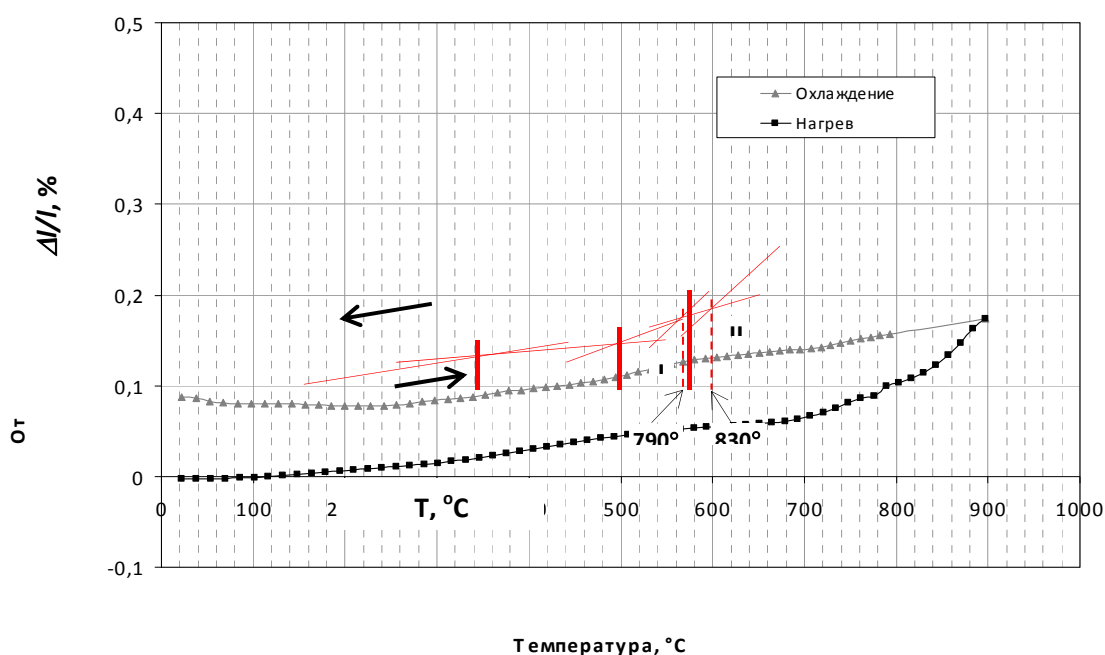


Рис. 2. Дилатограмма стали 07X16AG13M3 после закалки от 1050 °С



В структуре закаленной от 1050 и 1100 °С наблюдали двухфазную структуру  $\gamma + \delta$ -феррит (рис. 3, б), после старения которой при 700 °С в  $\delta$ -феррите протекало полиморфное  $\gamma \rightarrow \delta$ -превращение, аналогичное тому, которое наблюдалось в закаленной от 1000 °С стали после такой же тепловой выдержки (рис. 3, д). В результате нагрева стали на 800 °С по границам  $\delta$ -феррита образовалась  $\chi$ -фаза (рис. 3, з). В результате большего пересыщения аустенита после закалки от 1050 и 1100 °С, процессы фазовых превращений в стали еще не успели завершиться при 800 °С, по сравнению с закалкой стали от 1000 °С.

Структура стали после закалки от 1150 °С, а также и после старения при 700 °С состояла в основном из феррита и небольшого количества аустенита (рис. 3, в, е) с выделениями нитридов  $\text{Cr}_2\text{N}$  по границам зерен. Последующая тепловая выдержка при 800 °С привела к выделению из феррита  $\chi$ -фазы и полиморфному превращению обедненного феррита  $\delta \rightarrow \gamma$  при охлаждении (рис. 3, и), в результате чего структура стали состояла на 75 % из аустенита.

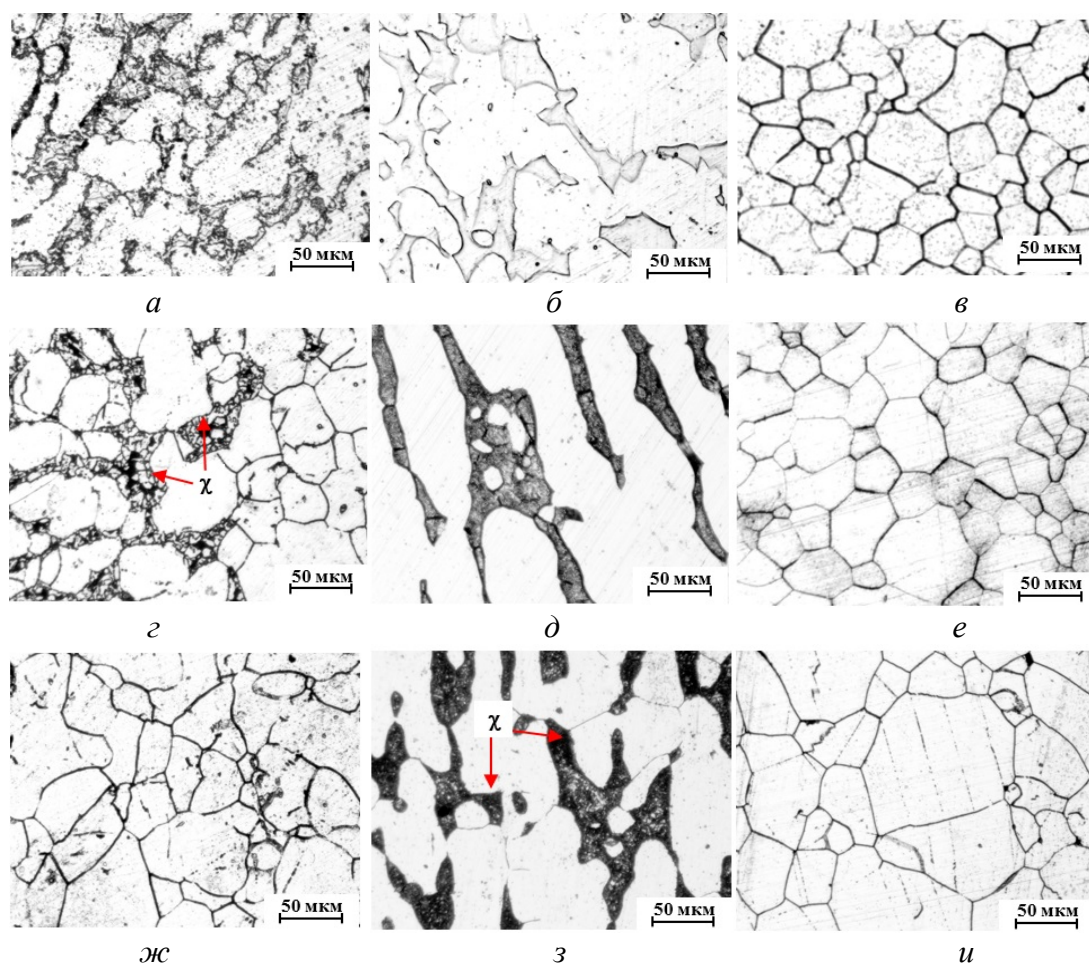


Рис. 3. Микроструктура стали 07X16AG13M3 после закалки от 1000, 1100 и 1150 °С (а–в); соответствующей закалки и старения при 700 °С (г–е); то же при 800 °С (ж–и)



**Фазовый состав исследованной стали в зависимости от режимов термической обработки**

Режим ТО, °С	Фазовый состав стали, %				
	$\gamma$	$\delta$	$\chi$	Cr <sub>2</sub> N	CrN
1000 (1 ч)	72	8	13	–	7
1000 (1 ч) + 600 (2ч)	44	56	–	–	–
1000 (1 ч) + 800 (2 ч)	65	3	11	21	–
1050 (1 ч)	63	23	6	–	8
1100 (1 ч) + 600 (2 ч)	59	25	–	16	–
1150 (1 ч)	15	82	–	3	–
1150 (1 ч) + 800 (2 ч)	75	5	20	–	–

Результаты фазового анализа, приведенные в таблице, в целом хорошо согласуются с микроструктурой стали.

Таким образом, показано, что аустенит исследованной стали 07X16AG13M3, содержащей 0,4 % азота, неустойчив к распаду и полиморфным превращениям при нагреве и охлаждении, что при соответствующей термической обработке позволяет получить в ней аустенитно-ферритную структуру, имеющую преимущества по сравнению с аустенитными с талями близкой системы легирования.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Шпайдель М. О. Новые азотосодержащие аустенитные нержавеющие стали с высокими прочностью и пластичностью / М. О. Шпайдель // Металловедение и термическая обработка металлов. 2005. № 11. С. 9–13.
2. Speidel M. O. Properties and Applications of High Nitrogen Steels / М. О. Speidel // Proceedings of the 1st International Conference on High Nitrogen Steels, (Foct J and Hendry A, EDS). London : The Institute of Metals, 1989. P. 92–96.
3. Gavriljuk V. G. High nitrogen steels: structure, property, manufacture and applications / V.G. Gavriljuk, H. Berns // Springer. 1999.
4. Ren Y. In vitro study on a new high nitrogen Ni free austenitic stainless steels for coronary stents/ Y. Ren, P. Wan, F. Liu [et al.] // Journal Material science Technology. 2011. Vol. 27 (4). P. 325–331.
5. Speidel M. O. Properties and applications of high-nitrogen steels. / М. О. Speidel; ed. J. Foct, A. Hendry // Proc. Int. Conf. High-Nitrogen Steels, HNS 88, Lille, France, May 1988. London : The Institute of Metals, 1989. P. 92.
6. Влияние деформации на структуру, механические и коррозионные свойства высокоазотистой аустенитной стали 07X16AG13M3 / В. В. Березовская [и др.] // Металлы. 2013. № 6. С. 54–62.

***А. Н. Гостевская<sup>1</sup>, В. Е. Кормышев<sup>1</sup>, Е. В. Капралов<sup>1</sup>, В. Е. Громов<sup>1\*</sup>,  
Ю. Ф. Иванов<sup>2,3</sup>***

<sup>1</sup>Сибирский государственный индустриальный университет, г. Новокузнецк

<sup>2</sup>Институт сильноточной электроники СО РАН, г. Томск

<sup>3</sup>Научно-исследовательский Томский политехнический университет, г. Томск

\**gromov@physics.sibsiu.ru*

Научный руководитель – проф., д-р физ.- мат. наук *В. Е. Громов*

## СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ СОСТОЯНИЯ И СВОЙСТВА НАПЛАВКИ НА НИЗКОУГЛЕРОДИСТУЮ СТАЛЬ

Методами физического материаловедения исследовано структурно-фазовое состояние и распределение микротвердости по сечению покрытий. Показано, что микротвердость двойного наплавленного слоя толщиной 10 мм превышает микротвердость металла основы в 3 раза. Повышенные механические свойства наплавленного слоя обусловлены формированием субмикро и нанодисперсной мартенситной структуры, содержащей бориды железа, формирующие эвтектику пластинчатого типа (в однократном слое –  $\text{Fe}_2\text{B}$ , а в двойном –  $\text{FeB}$ ). Выявлено наличие изгибных экстинкционных контуров, указывающих на формирование внутренних полей напряжений на границе раздела фаз бориды  $\text{Fe}-\alpha\text{Fe}$ .

*Ключевые слова:* наноструктура, фазовый состав, микротвердость, электродуговая наплавка, эвтектика.

***A. N. Gostevskaya, V. E. Kormyshev, E. V. Kapralov, V. E. Gromov,  
Yu. F. Ivanov***

## STRUCTURAL-PHASE STATES AND PROPERTIES OF SURFACING ON LOW-CARBON STEEL

The physical and material science has studied the structural-phase state, the distribution of microhardness over the cross-section of coatings. The increased mechanical properties of the deposited layer are due to the formation of the submicro and nanodispersed martensitic structure, keeping the iron borides forming a plate-type eutectic. The existence of flexural extinction loops indicating the formation of water objects at the interface between  $\text{Fe}-\alpha\text{Fe}$  boride phases is revealed.

*Keywords:* steel, deformation, structure, dislocation substructure, evolution.

Зачастую детали различных машин работают в условиях изнашивания, коррозии при высоких температурах. Перспективной технологией, направленных на решение проблемы срока службы деталей, является электродуговая наплавка порошковой проволокой, которая

широко используется при ремонте деталей различных механизмов: сельскохозяйственной техники, городского и железнодорожного транспорта, технологического оборудования и т. д. [1]. Для выбора подходящего покрытия, нужно проведение исследований его свойств и структуры [2].

Материалом исследования является покрытие напыленное на сталь марки Hardox 450. Для исследования фазового состава стали и напыляемого покрытия выбраны метод просвечивающей дифракционной электронной микроскопии (метод тонких фольг) [3–4].

Механические свойства наплавленного металла и стали характеризовали величиной микротвердости (метод Виккерса, нагрузка на индентор 5 Н).

Сталь марки Hardox 450 предназначена для эксплуатации в условиях, в которых предъявляются особые требования к износостойкости. Высокая твердость стали достигается за счет специальной системы закалки листов, в результате которой металл приобретает мартенситную структуру.

Формирование наплавленного электродуговым методом слоя на поверхности стали сопровождается слабо контролируемым нагревом материала. Это приводит к протеканию процесса отпуска закаленного состояния. Отчетливо видно, что отпуск стали приводит к выделению частиц карбидной фазы (цементита), расположенных в объеме пластин и на их границах. Дефектная субструктура пластин мартенсита представлена дислокациями (рис. 1).

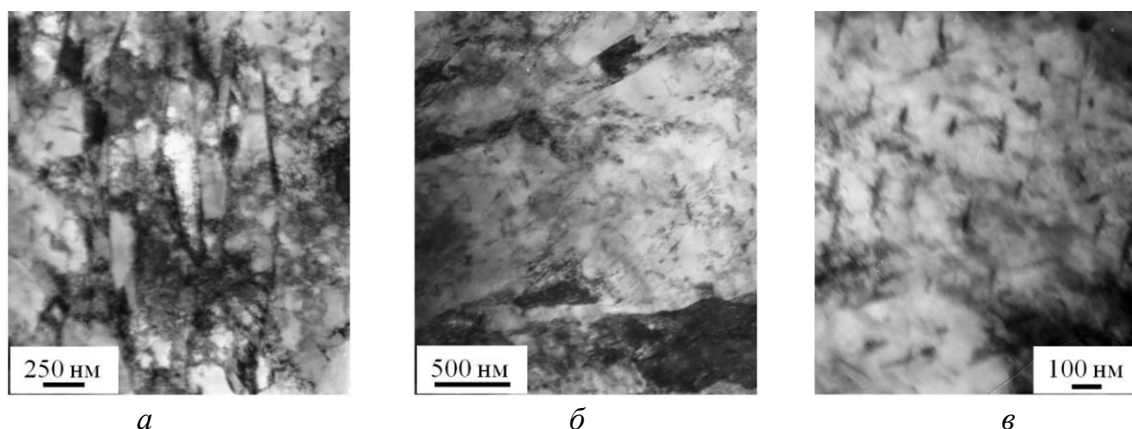


Рис. 1. Электронно-микроскопическое изображение структуры стали Hardox 450, формирующийся в слое, расположенном на расстоянии 15 мм от поверхности наплавленного слоя

Так же при изучении наплавки на стальную основу (Hardox 450) было изучен контактный слой. Контактный слой металла – это слой находящийся на границе раздела наплавленного слоя и основного объема материала. Со стороны металла основы (сталь Hardox 450) выявляется поликристаллическая структура, в объеме зерен которой наблюдается

субструктура пластинчатого типа (рис. 2, а). Пластины сгруппированы в пакеты; поперечный размер таких пластин изменяются в пределах от 150 до 200 нм. Группирование пластин в пакеты, позволяют предположить мартенситный механизм их формирования.

В объеме и на границах пластин выявляются частицы второй фазы (рис. 2, б). Микродифракционный анализ показал рефлекс, принадлежащие, карбиду железа.

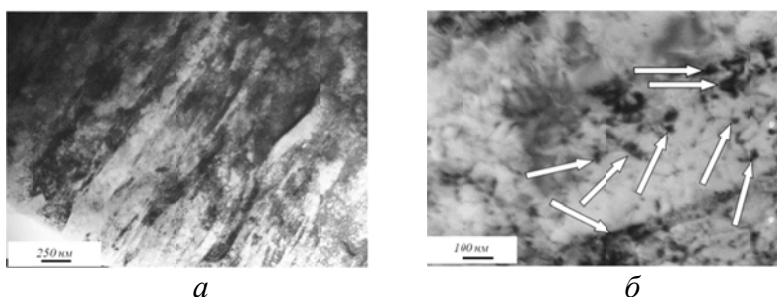


Рис. 2. Структура контактного слоя со стороны стали Hardox 450; стрелками указаны частицы второй фазы

Третьим изучаемым слоем, являлся напылённый слой. Одинарный или двойной наплавленные слои характеризуются подобным типом структуры. Выявлено формирование эвтектики пластинчатого типа.

Особенностью фазового состава наплавленного за один проход слоя является формирование в эвтектике пластин борида железа преимущественно состава  $\text{Fe}_2\text{B}$ ; в двойном наплавленном слое в эвтектике формируется преимущественно борид железа состава  $\text{FeB}$ .

Включения боридов железа, не зависимо от количества проходов при формировании наплавленного слоя, не содержат в своем объеме дислокационной субструктуры, что кардинально отличает их от прилегающих слоев  $\alpha$ -фазы. Причиной отсутствия дислокационной субструктуры в пластинах боридов железа является их сравнительно высокая твердость. Твердость  $\text{Fe}_2\text{B}$  и  $\text{FeB}$  равна (12,5–16,8) ГПа и (18,9–23,4) ГПа, соответственно.

Разделяющая пластины боридов железа  $\alpha$ -фаза, при однократном формировании наплавленного слоя представлена преимущественно мартенситом пакетной морфологии.

Таким образом, выполненные исследования структуры и фазового состава наплавленного слоя выявили формирование многофазного состояния, характеризующегося присутствием большого количества включений боридов железа.

В результатах изучения микротвердости материала при одинарном и двойном способе формирования наплавленного слоя, можно отметить сформированного прочного поверхностного слоя, микротвердость которого изменяется в пределах (10,5–12,5) ГПа в случаи одного подхода и

$\approx 15$  ГПа при двойном проходе. Следовательно, твердость наплавленного слоя при одном проходе более чем в 2 раза превышает твердость металла основы (сталь Хардокс-450) с толщиной наплавки 7 мм. При двойном проходе твердость наплавленного слоя в  $\approx 3$  раза превышает твердость основы при толщине модифицированного слоя не менее 10 мм.

Выполнены исследования фазового состава, дефектной субструктуры и механических свойств наплавленного на сталь Hardox 450 слоя, сформированного при одинарном и двойном проходе.

Так же показано, что высокие механические свойства наплавки связаны с формированием многофазной субмикро- и наноразмерной структуры, упрочнение которого происходит благодаря наличию боридов железа. Выявлено, что одинарным наплавленным слоем бориды железа имеют состав  $\text{Fe}_2\text{B}$ , а при двойном наплавленном слое  $\text{FeB}$ .

*Исследование выполнено за счет средств Гранта Российского научного фонда (проект №15-19-00065).*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Структура и свойства композиционных износостойких наплавов на сталь / Е. В. Капралов [и др.]. Новокузнецк : Изд-во СибГИУ, 2014. 109 с.
2. Громов В. Е. Успехи физики металлов. Т. 15. / В. Е. Громов, Е. В. Капралов, С. В. Райков и др. 2014. С. 211–232.
3. Утевский Л. М. Дифракционная электронная микроскопия в металловедении / Л. М. Утевский. Москва : Металлургия, 1973. 584 с.
4. Томас Г. Просвечивающая электронная микроскопия материалов / Г. Томас, М. Дж. Гориндж. Москва : Наука, 1983. 320 с.

**Т. Ю. Барсукова<sup>\*</sup>, Д. О. Панов<sup>\*\*</sup>**

Пермский национальный исследовательский политехнический университет, г. Пермь

<sup>\*</sup>tanok4444@yandex.ru, <sup>\*\*</sup>dimtak-panov@mail.ru

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук Ю. Н. Симонов

## ОСОБЕННОСТИ ФОРМИРОВАНИЯ СТРУКТУРЫ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СТАЛИ 10Х3Г3МФС ПОСЛЕ ЗАКАЛКИ ИЗ МЕЖКРИТИЧЕСКОГО ИНТЕРВАЛА ТЕМПЕРАТУР

Получены данные по механическим свойствам стали 10Х3Г3МФС после закалки из МКИТ. Проведены дилатометрические исследования  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения при нагреве и выдержке в МКИТ. Структурные исследования показали три стадии предпочтительного выделения зародышей аустенита: на первой стадии аустенит выделяется по границам бывших аустенитных зерен и мартенситных пакетов, на второй – по межреечным границам исходной  $\alpha$ -фазы, на третьей – аустенит образуется внутри рейки исходного мартенситного пакета.

*Ключевые слова:* низкоуглеродистая сталь, межкритическая закалка, фазовые превращения, многофазная структура, дилатометрия.

**T. Y. Barsukova, D. O. Panov**

## FEATURES OF STRUCTURE FORMATION AND MECHANICAL PROPERTIES OF STEEL FE-0,1C-3MN-3CR-MO-SI AFTER QUENCHING FROM INTERCRITICAL TEMPERATURE RANGE

Dilatometric studies of  $\alpha \rightarrow \gamma$  transformation during heating and soaking in intercritical temperature range have been carried out. Structural studies showed three stages of the preferred isolation of austenite embryos: in the first stage, austenite is separated along the boundaries of the former austenite grains and martensitic packets, at second stage – along the interstitial boundaries of the initial  $\alpha$ -phase, third – austenite is formed inside the rod of initial lath martensite.

*Keywords:* low-carbon steel, intercritical quenching, phase transformations, multiphase structure, dilatometry.

Образование многофазной структуры в результате закалки с температур межкритического интервала позволяет получить благоприятное сочетание характеристик прочности и надежности низкоуглеродистой стали благодаря протеканию процессов полигонизации исходной мартенситной  $\alpha$ -фазы, фрагментированию при мартенситном превращении тонких пластин аустенита, сформированных при нагреве и

выдержке в МКИТ, стабилизации аустенита за счет дисперсности и обогащения  $\gamma$ -стабилизаторами, в том числе углеродом [1–5]. Целью данной работы было изучение взаимосвязи температуры нагрева, эволюции микроструктуры и изменения свойств перспективной мартенситной стали 10X3Г3МФС при изотермической аустенизации в межкритическом интервале температур.

В закалочном dilatометре Linseis R.I.T.A. L78 образцы закаленной стали 10X3Г3МФС (химического состава (% масс.): C = 0,1; Si = 1,25; Mn = 2,51; Cr = 2,75; V = 0,12; Mo = 0,40; S = 0,008; P = 0,019) нагревали в межкритический интервал температур (715, 750, 800, 860 °C) со скоростью 1,5 °C/с в течение 9 часов. Температуры изотермической выдержки 715, 800, 860 °C соответствуют максимумам скорости превращения стали 10X3Г3МФС в интервале МКИТ в данных условиях нагрева. Металлографический анализ проводили на dilatометрических образцах с использованием светового микроскопа OLYMPUS GX 51. Механические свойства определяли при помощи универсальной гидравлической системы для статических испытаний INSTRON-SATEC 300 LX и маятникового копра КМ-30 на образцах, обработанных по режиму нагрева посадкой в горячую печь (скорость нагрева порядка 1,5 °C/с) до температур 800 или 860 °C, выдержки 2 часа и последующей закалки на воздухе. Электронно-микроскопические исследования проводили с использованием просвечивающего электронного микроскопа FEI Tecnai 20 G2 TWIN при ускоряющем напряжении 200 кВ.

Температура изотермической выдержки в МКИТ определяет соотношение аустенита, сформированного в атермических (до температуры изотермической выдержки) и в изотермических (при температуре выдержки) условиях. С увеличением температуры изотермической выдержки доля изотермического аустенита снижается с 80 % (715 °C, 750 °C) до 13 %, а доля атермического аустенита возрастает до 87 %. Основная доля превращения протекает в течение 2 часов.

В процессе нагрева и выдержки при 715 °C и 750 °C идут процессы отпуска  $\alpha$ -фазы с сохранением пакетно-реечного строения, выделения карбидов, развивается первая стадия аустенитизации – зародыши аустенита выделяются на границах бывших аустенитных зерен и границах исходных пакетов мартенсита. Увеличение температуры нагрева приводит к росту доли вновь образовавшегося аустенита с 26 % до 40 %.

Металлографические и электронно-микроскопические исследования показали наличие по окончании выдержки при температуре 800 °C свежезакаленных мартенситных областей, расположенных по бывшим границам реек отпущенной  $\alpha$ -фазы, то есть о протекании второй стадии выделения зародышей аустенита – по границам реек рекристаллизованной  $\alpha$ -фазы. Незавершенность превращения (80 %) обеспечивает формирование после охлаждения мартенситного каркаса,

содержащего тонкие пластины обогащенного углеродом аустенита и прослойки упрочненной карбидами  $\alpha$ -фазы, сохранившейся внутри исходных реек мартенсита.  $\alpha$ -фаза фрагментирована дислокациями, вблизи границ со свежезакаленным мартенситом наблюдается повышенная плотность хаотично расположенных дислокаций, что является следствием фазового наклепа. На границах бывших аустенитных зерен и бывших границах пакета присутствуют полиэдрической формы области свежезакаленного мартенсита. Повышение температуры нагрева до 860 °С приводит к завершению  $\alpha \rightarrow \gamma$ -превращения при выдержке и получению структуры мартенсита преимущественно пакетно-реечного строения, в котором встречаются двойникованные участки, образовавшиеся из-за неполной гомогенизации по углероду.

По результатам испытания характеристик прочности и пластичности установлено, что закалка из МКИТ с температуры 800 °С приводит к небольшому снижению временного сопротивления (с 1320 до 1210 МПа - на 8 %), однако предел текучести практически не уменьшается и остается на уровне 910 МПа. Относительное удлинение остается на уровне исходно закаленной стали (14–15 %), а относительное сужение заметно увеличивается (с 54 до 60 %). Существенно, более чем на 70 %, возрастает уровень ударной вязкости КСТ исследуемой стали (до 0,76 МДж/м<sup>2</sup>).

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Садовский В. Д. Структурная наследственность в стали. / В. Д. Садовский. Москва : Металлургия, 1973. 205 с.
2. Липчин Н. Н. Структурный механизм превращений при нагреве стали / Н. Н. Липчин, С. А. Коковьякина // МиТОМ. 1970. № 9. С. 2–7.
3. Счастливцев В. М. Электронно-микроскопические исследования аустенита при нагреве конструкционной стали / В. М. Счастливцев, Н. В. Копцева // ФММ. 1976. Т. 42, № 4. С. 837–847.
4. Zel'dovich V. I. Three mechanisms of formation of austenite and inheritance of structure in iron alloys / V. I. Zel'dovich // Metal Science and Heat Treatment. 2008. Vol. 50. № 9–10. P. 442–448.
5. Structure formation in low-alloy pipe steel during heating in the intercritical temperature range / A. N. Makovetskii [et al.] // The Physics of Metals and Metallography. 2012. Vol. 113. № 7. P. 704–715.



**П. А. Рябинкина<sup>\*</sup>, К. А. Скороход, И. Н. Градусов**

Новосибирский государственный технический университет, г. Новосибирск.

<sup>\*</sup>ryabinkinapolina@gmail.com

Научный руководитель – доцент, канд. техн. наук А. А. Никулина.

## ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРЫ, ФОРМИРУЕМОЙ ПРИ ИЗОТЕРМИЧЕСКОЙ ВЫДЕРЖКЕ УГЛЕРОДИСТОЙ СТАЛИ, ЛЕГИРОВАННОЙ ТИТАНОМ В МАЛЫХ КОНЦЕНТРАЦИЯХ

В данной работе представлены исследования структуры образцов углеродистой стали, легированной титаном в малых концентрациях, после изотермической выдержки. Образцы были получены методом вакуумного дугового переплава. Было выявлено, что формируется перлитная структура с аустенитно-мартенситными участками, доля которых уменьшается по мере увеличения количества легирующего элемента. Также в структуре формируются карбидные частицы, чье число растет по мере увеличения доли титана в образце. После изотермической выдержки структура образцов также состоит из перлита, мартенсита и аустенита, карбиды могут образовывать группы более двух.

*Ключевые слова:* перлит, легирование, титан, карбиды титана, изотермическая выдержка

***P. A. Ryabinkina, K. A. Skorokhod, I. N. Gradusov***

## THE STRUCTURAL FEATURES OF CARBON STEEL ALLOYED WITH TITANIUM IN SMALL AMOUNTS AFTER ISOTHERMAL HOLDING

The samples of carbon steel with different concentration of titanium were received by vacuum arc melting. The structure of the sample, that alloyed with 0,1 % Ti, consists of austenite-martensite and pearlite phases, also a small amount of carbides is formed. With the increasing of alloying element's content, the amount of formed carbides increases, but the amount of austenite-martensite phase decreases. After the heat treatment the carbides may coagulate into groups.

*Keywords:* pearlite, alloying, titanium, titanium carbides, isothermal holding.

**Введение.** В металлургии нередко для улучшения механических свойств сталей используется легирование. Посредством добавления малого количества легирующего элемента возможно осуществление упрочнения микроструктурными барьерами. Суть процесса заключается в том, что в структуре при добавке определенных элементов формируются дисперсные

фазы, которые препятствуют увеличению размера зерен аустенита при нагреве, обычно частицы являются карбидами и нитридами с размерами зерна 0,5–1 мкм [1]. В данной работе было проведено исследование структуры образцов углеродистой стали, легированной титаном в различных концентрациях, после термической обработки образцов, заключающейся в ступенчатой закалке. Целью работы являлось изучение перлитной структуры стали, полученной при распаде переохлажденного с большой степенью аустенита.

**Методы и материалы.** Для выплавки образцов в качестве исходных материалов использовалась инструментальная сталь У8А. В качестве легирующего элемента использовался титан ВТ1-0, добавляемый в процессе выплавки в концентрациях 0,1 %, 0,3 %, 0,5 %, 0,8 % (вес.).

Выплавка образцов осуществлялась в установке для вакуумного дугового переплава (ВДП) *Arc Melter System AM*. Суть процесса ВДП заключается в непрерывном переплаве расходуемого электрода в вакууме, или в атмосфере защитного газа, посредством электрической дуги. Преимуществами данного метода являются точность химического состава выплавляемого материала и пониженное содержание вредных примесей [2].

Шихта для плавки состояла из стали У8А и титана, весовое соотношение компонентов предварительно рассчитывалось. Для получения наиболее равномерного распределения частиц в получаемой стали переплав производился 10 раз. Плавка осуществлялась в атмосфере аргона.

С целью создания неравновесных условий получения феррито-цементитной смеси и фиксации фронта  $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращения полученные после выплавки образцы нагревались до аустенитного состояния и подвергались изотермической выдержке [3]. Возможность формирования карбидов в данных сталях зависит от температуры и времени выдержки, а также от последующей термической обработки (отпуска или отжига) [4]. Образцы аустенизировали в печи *SNOL 185/1200* при температуре 1000 °С, изотермическая выдержка производилась в интервале температур 540–560 °С.

Полученные образцы до и после термической обработки исследовались с использованием микроскопов *CarlZeiss Axio Observer Alm* и *Carl Zeiss EVO 50 XVP*. Образцы для растровой электронной микроскопии и оптической металлографии представляли собой шлифы, приготовленные по стандартной технологии, включающей шлифование и полирование на алмазных суспензиях. Измерения микротвёрдости проводили на микротвердомере для проведения испытаний по Виккерсу *Model 402MVD*.

**Результаты исследования.** Полученные в результате выплавки образцы имеют бездефектную структуру, поры и трещины отсутствуют.

На рис. 1 представлена структура исходных образцов, преимущественно состоящая из перлита, а также мартенситно-

аустенитных зон, доля которых уменьшается по мере увеличения количества легирующего элемента. Уже при содержании 0,1 % Ti в стали формируются карбиды (рис. 2, *а*), наблюдается большое количество аустенита и мартенсита, а также отдельные зоны перлита. При увеличении доли легирующего элемента до 0,3 % (рис. 2, *б*) можно заметить, что мартенсита и аустенита становится значительно меньше, количество формируемых карбидов увеличивается. При дальнейшем повышении концентрации титана наблюдается уменьшение доли аустенита и мартенсита (рис. 2, *в*, *г*), при содержании титана 0,8 % в структуре можно увидеть феррит. Это объясняется тем, что титан, являясь более сильным карбидообразующим элементом, нежели железо, притягивает углерод, образуя карбиды, при этом близлежащие области обедняются углеродом, поэтому в первую очередь происходит формирование ферритных областей, после чего оставшиеся аустенитные области претерпевают перлитное превращение.

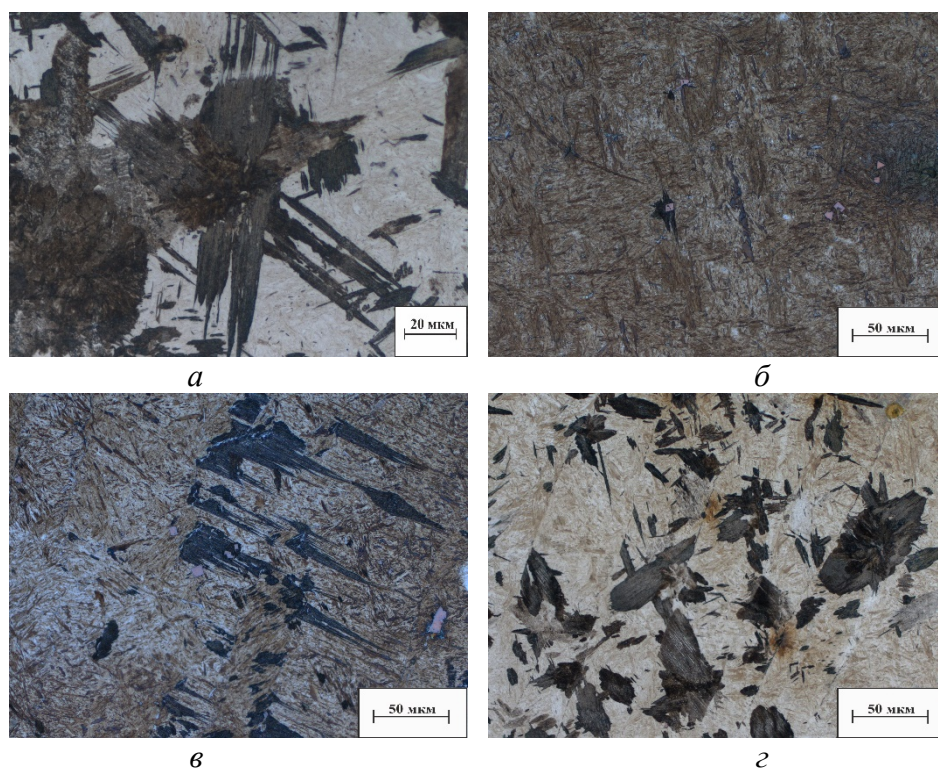


Рис. 1. Структура образцов до ТО с различным содержанием титана: *а* – 0,1 % Ti; *б* – 0,3 % Ti; *в* – 0,5 % Ti; *г* – 0,8 % Ti

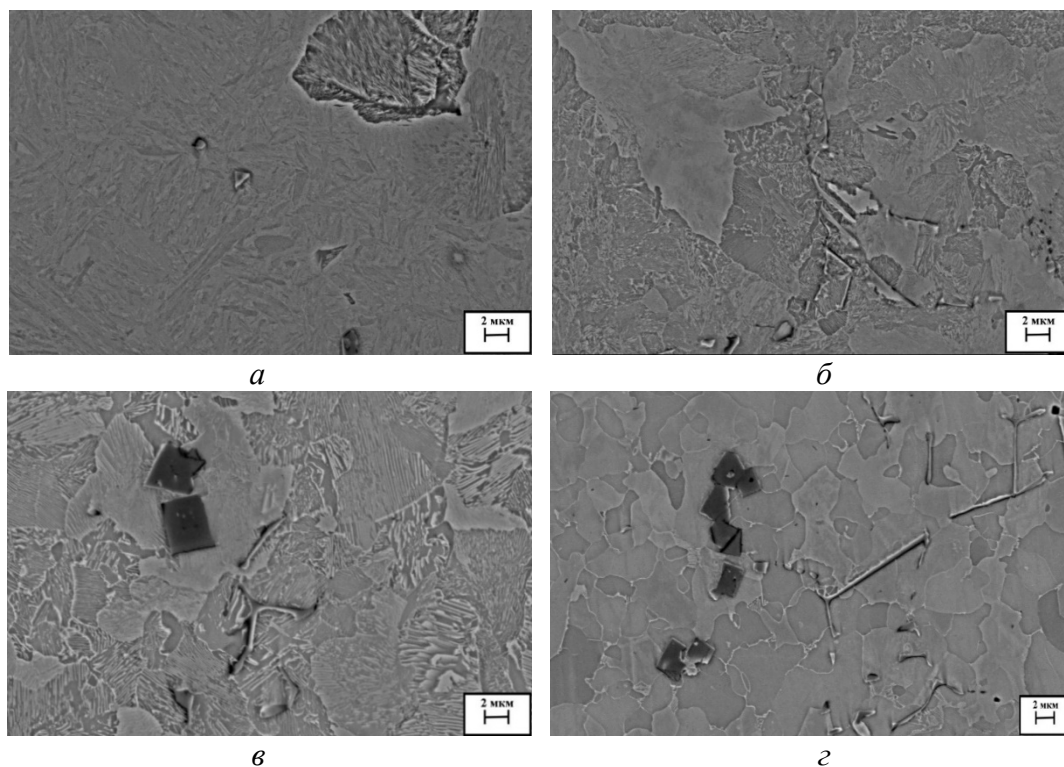


Рис. 2. Структура образцов с различным содержанием титана после ТО:  
*а* – 0,1 % Ti; *б* – 0,3 % Ti; *в* – 0,5 % Ti; *г* – 0,8 % Ti

Проведение дюрометрических исследований показало, что с увеличением содержания титана растет уровень микротвердости образцов за счет выделения карбидов на границах зерен. Высокий уровень микротвердости, а также результаты оптической металлографии указывают на образование трооститной структуры. Максимальный уровень микротвердости зафиксирован в образцах с содержанием титана 0,5 % (рис. 3).

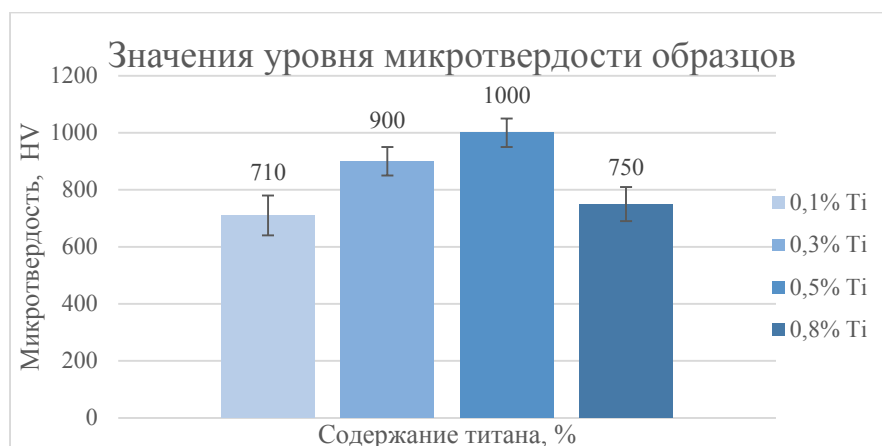


Рис.3. Значения уровня микротвердости образцов до ТО

Значения микротвердости образцов после термической обработки повышаются по мере увеличения содержания титана в стали, при содержании титана 0,5 % наблюдается наибольшее значение.

В дальнейшем планируется изучение тонкой структуры сформированного перлита посредством просвечивающей электронной микроскопии.

**Выводы.** В работе проведены исследования структуры углеродистой стали, легированной титаном в малых концентрациях, после изотермической выдержки. Показано, что образцы имеют до и после термической обработки преимущественно структуру тонкопластинчатого перлита, при малом количестве легирующего элемента также можно наблюдать мартенситно-аустенитные зоны. При легировании 0,1 % титана в образцах формируются карбиды, количество формируемых карбидов увеличивается по мере увеличения доли титана в образце, возможно объединение частиц в группы. Наибольшие показатели микротвердости до и после термической обработки зафиксированы у образцов, содержащих 0,5 % титана.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Rofes-Vernis J. Engineering steels for the automotive industry / J. Rofes-Vernis, D. Robat // International seminar «Modern developments in metallurgy and technologies of steel for automotive industry» Moscow, 2004. P. 173–180.
2. Vacuum Arc Remelting (VAR) [электронный ресурс]. URL: <http://www.ald-vt.ru/cms/fileadmin/pdf/prospekte/VAR.pdf> (дата обращения: 02.09.2017).
3. Новиков И. И. Теория термической обработки металлов: учебник для вузов. 4-е изд., перераб. и доп. / И. И. Новиков. Москва : Металлургия, 1986. 480 с.
4. Изотов В. И. Кинетика и кристаллогеометрия выделения карбида ванадия на межфазной границе при перлитном превращении в стали / В. И. Изотов, Н. А. Комков, Г. А. Филиппов // Физика металлов и металловедение. 2013. Т. 114. № 3. С. 279–289.

**И. Н. Градусов<sup>\*</sup>, П. А. Рябинкина, А. Е. Йорх**

Новосибирский государственный технический университет, г. Новосибирск

<sup>\*</sup> *dontknowalrdu@gmail.com*,

Научный руководитель – доц., канд. техн. наук А. А. Никулина

## ОСОБЕННОСТИ СТРУКТУРЫ МУЛЬТИФАЗНОЙ СТАЛИ, ПОЛУЧЕННОЙ ИСКРОВЫМ ПЛАЗМЕННЫМ СПЕКАНИЕМ

Приведены результаты структурных исследований железоуглеродистого гетерофазного сплава, полученного искровым плазменным спеканием частиц сталей 12Х18Н10Т и У8. Микроструктура была исследована с использованием методов световой микроскопии. Также была проведена оценка микротвердости основных структурных составляющих, и определено влияние времени выдержки и температуры спекания на микротвердость аустенита и переходной области. Толщина области взаимодействия разнородных микрообъемов варьируются от  $0,8 \pm 0,54$  до  $8,8 \pm 2,33$  мкм в зависимости от режимов спекания.

*Ключевые слова:* разнородные стали, искровое плазменное спекание, хромоникелевая сталь, углеродистая сталь, гетерофазный сплав, железоуглеродистый сплав, микроструктура, микротвердость.

***I. N. Gradusov, P. A. Ryabinkina, A. E. Yorh***

## STRUCTURAL FEATURES OF MULTI-PHASE STEEL, OBTAINED BY SPARK PLASMA SINTERING

Results of the structure investigation of heterophase iron-carbon alloys which were obtained by spark plasma sintering of carbon (1080) and chrome-nickel (321) steel powders were presented. The microstructure was investigated by light microscopy. The microhardness of the main structures was analyzed. Also the influence of the holding time and sintering temperature on the microhardness of the austenite and the transition area was determined. The thickness of the transition area varied from  $0.8 \pm 0.54$  to  $8.8 \pm 2.33$   $\mu\text{m}$ , depending on the sintering modes.

*Keywords:* dissimilar steels spark plasma sintering, chrome-nickel steel, carbon steel, iron-carbon alloy, dual phase steel, multiphase steel, microstructure, microhardness.

**Введение.** Искровое плазменное спекание относится к современным технологиям порошковой металлургии. Технология характеризуется быстрым и равномерным спеканием токопроводящих частиц с приложением одноосного давления [1, 2]. Искровое плазменное спекание

позволяет получать гетерофазные материалы, в том числе железоуглеродистые сплавы [3].

Гетерофазные железоуглеродистые материалы относятся к прогрессивным конструкционным материалам, обеспечивающим высокую прочность и надежность. Среди них выделяют двухфазные и многофазные сплавы. Их механические свойства зависят от долей перлита, мартенсита, феррита и аустенита [4–7]. Благодаря высокой прочности и способностями к деформированию гетерофазные железоуглеродистые стали зарекомендовали себя как перспективный конструкционный материал, который уже активно используется, например, в автомобильной промышленности [7].

Целью работы являлось исследование структурных особенностей гетерофазного сплава, полученного методом искрового плазменного спекания стружки сталей 12Х18Н10Т и У8.

Для достижения цели были поставлены следующие задачи:

1. Получить гетерофазный материал искровым плазменным спеканием при различных режимах.
2. Исследовать микроструктуру образцов посредством световой и растровой электронной микроскопии.
3. Провести оценку микротвердости сформированных фаз.

**Материалы и методы исследования.** Частицы хромоникелевой и углеродистой сталей были получены механическим способом. Перемешивание проводилось в планетарной мельнице в течение 20 минут со скоростью вращения барабана 100 об/мин. Режимы спекания, при которых были получены образцы, представлены в табл. 1.

Структурные исследования проводились с использованием светового микроскопа *Carl Zeiss Axio Observer Alm*. Локальный химический анализ был проведен с помощью растрового электронного микроскопа *Carl Zeiss EVO 50 XVP* с энергодисперсионным спектрометром.

Таблица 1

Режимы искрового плазменного спекания смеси стружки разнородных сталей

Температура выдержки, °С	Время выдержки, мин			Давление, МПа	Средняя скорость нагрева, °С/мин
1000	5	15	25	60	100
1100	5	15	25		

**Результаты и обсуждения.** Общий вид образца, полученный с помощью светового микроскопа, представлен на рис. 1, а. Образцы содержат зоны с феррито-перлитной, аустенитной и мартенситной структурами. Также было установлено, что с увеличением времени выдержки и температуры спекания возрастала объемная доля перлита в



приповерхностных слоях спеченных образцов. Это связано с насыщением данных областей атомами углерода, диффундирующими из графитовой бумаги, защищающей стенки пресс-формы.

Область взаимодействия частиц разнородных сталей представлена на рисунке 1б. Было установлено, что область взаимодействия разнородных микрообъемов состоит из структур мартенсита и остаточного аустенита. Значения толщины областей с аустенито-мартенситной структурой варьировались от  $0,8 \pm 0,54$  до  $8,8 \pm 2,33$  мкм в зависимости от режимов спекания. Данные по средней толщине переходного слоя для некоторых образцов приведены в табл. 2. С увеличением времени выдержки и температуры спекания толщина переходной зоны возрастает.

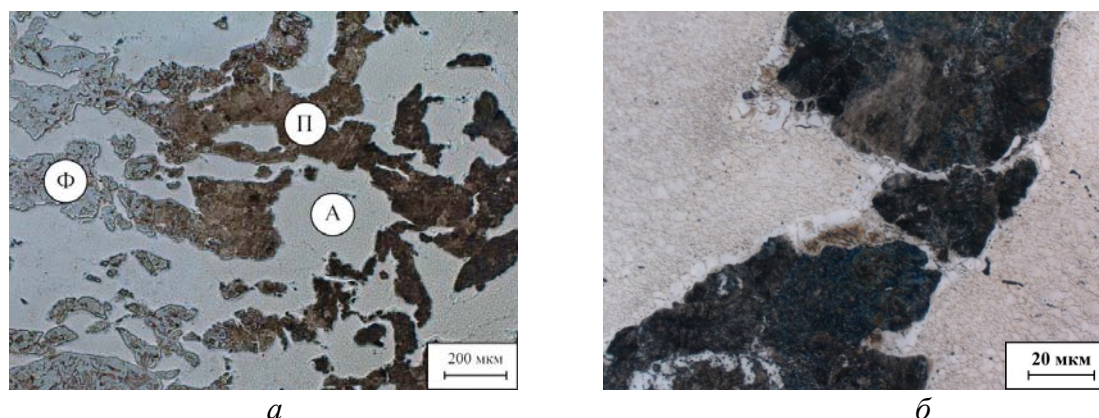


Рис. 1. Микроструктура многофазной стали: *а* – общий вид материала; *б* – область взаимодействия разнородных микрообъемов; А – аустенит; П – перлит ; Ф – феррит

Данные спектрального анализа, приведенные в табл. 3, свидетельствуют о том, что зона взаимодействия разнородных микрообъемов обладает промежуточным составом между перлитной и аустенитной фазами, вследствие чего в ней образовался мартенсит.

Таблица 2

Толщина переходных слоев в спеченных образцах в зависимости от температуры спекания и времени выдержки

Температура\Время	5 мин	15 мин	25 мин
1000 °С	$0,8 \pm 0,54$ мкм	$2,2 \pm 0,60$ мкм	$5,3 \pm 1,22$ мкм
1100 °С	$4,6 \pm 1,34$ мкм	$5,6 \pm 1,76$ мкм	$8,8 \pm 2,33$ мкм

Значения микротвердости аустенитных областей в образцах, спеченных при больших температуре и времени выдержки, повышается. Среднее значение микротвердости аустенита в образце, спеченном при 1100 °С с временем выдержки 25 мин, составило  $601 \pm 83$  HV. Значение микротвердости переходной зоны достигает  $828 \pm 89$  HV.



Таблица 3

## Результаты спектрального анализа

Хим. элемент, % вес.	Cr	Ni	Ti	Si	Mn	C	Fe
Перлитная фаза	–	–	–	0,45	0,98	1,05	ост.
Аустенитная фаза	14,35	11,36	0,52	0,77	1,49	1,40	ост.
Переходная зона	7,71	1,50	–	0,51	1,06	1,19	ост.
Карбидная фаза	35,59	6,58	0,39	0,33	1,37	5,41	ост.

**Выводы.** В результате структурного исследования железоуглеродистого гетерофазного сплава, полученного искровым плазменным спеканием, было установлено, что микроструктура образцов содержит фазы феррита, перлита, аустенита и мартенсита. Уровень микротвердости аустенита и аустенито-мартенситной области повышается с увеличением времени выдержки и температуры спекания.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Tokita M. Trends in Advanced SPS (Spark Plasma Sintering) Systems and Technology / M. Tokita // J. Soc. Powd. Tech. 1993. Vol. 30. P. 790–804.
2. The effect of electric field and pressure on the synthesis and consolidation of materials: a review of the spark plasma sintering method / Z. A. Munir [et al.] // Journal of Materials Science. 2006. Vol. 41. P. 763–777.
3. Microstructure and mechanical properties of a spark plasma sintered Ti–45Al–8.5Nb–0.2W–0.2B–0.1Y alloy / X. Lu [et al.] // Intermetallics. 2009. V. 17. P. 840–846.
4. Qguzhan K. Phase steels in relation with the austenite-to-ferrite transformation mechanisms / K. Qguzhan, Y. Servet // Journal of Materials Science. 2011. Vol. 46. P. 7026–7038.
5. Movahed P. The effect of intercritical heat treatment temperature on the tensile properties and work hardening behavior of ferrite-martensite dual phase steel sheets / P. Movahed, S. Kolahgar, N. Parvin // Materials Science and Engineering: A. 2009. V. 518. P. 1–6.
6. Xiong Z. P. Pereloma Microstructures and mechanical properties of dual phase steel produced by laboratory simulated strip casting / Z. P. Xiong, N. E. Kostyrychev [at al.] // Materials and Design. 2015. V. 88. P. 537–549.
7. Kuziak R. Advanced high strength steels for automotive industry: a review / R. Kuziak, R. Kawalla, S. Waengler // Arch. Civ. Mech. 2008. V. 89. P. 103–117.
8. Krebs B. Banded structure in Dual Phase steels in relation with the austenite-to-ferrite transformation mechanisms / B. Krebs // Journal of Materials Science. 2011. Vol. 46. P. 7026–7038.
9. Никулина А. А. Формирование неоднородной структуры железоуглеродистых сплавов спеканием частиц разнородных сталей / А. А. Никулина // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). 2016. № 3 (72). С. 52–61.

УДК: 669.15.017.16 – 194: 620.183.256.43

**О. В. Ефимова<sup>\*</sup>, А. Н. Юрченко<sup>\*\*</sup>, М. А. Мариева<sup>\*\*\*</sup>**

Пермский национальный исследовательский политехнический университет, кафедра «Металловедение, термическая и лазерная обработка металлов», г. Пермь

<sup>\*</sup>olga.ef2013@yandex.ru, <sup>\*\*</sup>aleksmt@gmail.ru, <sup>\*\*\*</sup>marievamar@rambler.ru

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук Ю. Н. Симонов

## ВЫЯВЛЕНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ СТАЛЕЙ СИСТЕМЫ ЛЕГИРОВАНИЯ Х2Г2С2МФ МЕТОДОМ ЦВЕТНОГО ТРАВЛЕНИЯ

Исследовано применение различных травителей для выявления смешанной структуры в сталях системы легирования Х2Г2С2МФ. Выбран наиболее подходящий травитель для разграничения мартенсита, бейнита и остаточного аустенита. Проведен статистический анализ микротвердости после различных режимов термической обработки.

*Ключевые слова:* цветное травление, мартенсит, бейнит.

**О. V. Efimova, A. N. Yrchenko, M. A. Marieva**

## DEVELOPING THE MICROSTRUCTURE OF STEELS WITH CHEMICAL COMPOSITION Cr2Mn2Si2MoV BY COLOR ETCHING METHOD

The use of various etchants for reveal a mixed structure in steels with chemical composition Cr2Mn2Si2MoV was investigated. Optimal etchant for distinguishing martensite, bainite and retained austenite was chosen. A statistical analysis of the hardness was carried out after various heat treatment modes.

*Keywords:* color etching, martensite, bainite.

Общепринятые методы металлографического анализа не всегда позволяют выявить в структуре стали продукты промежуточного превращения однозначно. Также не могут точно дифференцировать структурные составляющие близкого морфологического строения (например, нижний бейнит и мартенсит), что вызывает трудности при контроле микроструктуры. Поэтому актуальной задачей является разграничение структурных составляющих в сталях бейнитного класса при помощи оптического микроскопа и цветного травления.

В данной работе исследовали сталь 22Х2Г2С2МФ следующего химического состава (% масс.): 0,22 % С; 2,36 % Cr; 2,4 % Mn; 2,06 % Si; 0,39 % Mo; 0,09 % V, 0,022 % P; 0,014 % S и сталь 44Х2Г2С2МФ: 0,44 % С; 2,31 % Cr; 2,19 % Mn; 2,18 % Si; 0,36 % Mo; 0,09 % V, 0,015 % P; 0,012 % S. Из прутков вышеуказанных марок сталей на электроэрозионном станке

вырезали dilatометрические образцы длиной 9,95–10,05 мм и диаметром 3–3,2 мм. Экспериментальные режимы термической обработки проводили на горизонтальном высокоскоростном индукционном закалочном dilatометре LINSEISL78 R.I.T.A. в среде чистого гелия. В первом случае нагрев образцов осуществляли с одинаковой скоростью 1,5 °C/с до температуры нагрева-аустенитизации 1000°C, время выдержки при которой составляло 15 мин, скорость охлаждения с температуры нагрева была различной: 100 °C/с; 30 °C/с; 1,5 °C/с; 0,3 °C/с; 0,05 °C/с, 0,03 °C/с. При изотермической обработке скорость нагрева, температура аустенитизации и время выдержки были аналогичны термокинетическому режиму, после выдержки при температуре нагрева образцы охлаждали со скоростью 1,5 °C/с до температуры изотермической выдержки, которую варьировали в зависимости от марки стали и температуры начала мартенситного превращения: у стали 22Х2Г2С2МФ – 375 °C, 350 °C, 325 °C, 300 °C, 275 °C; у стали 44Х2Г2С2МФ – 325 °C, 300 °C, 275 °C, 250 °C, 200 °C. Время выдержки 360 мин при каждой температуре выдержки. Дальнейшее охлаждение проводили со скоростью 1,5 °C/с до комнатной температуры. Микрошлифы изготавливали с использованием заливочного комплекса CitoPress-10 и полировального комплекса Tegramin-30. Металлографический анализ сталей проводился на микроскопе Olympus GX-51 при увеличениях x200–x1000. Травление проводили с использованием травителей, которые рассмотрены в работе [1] и показаны в таблице ниже.

Название и состав травителей

Название		Состав
Травитель № 1	Пикрал	4 г пикриновой кислоты (тринитрофенол, $(\text{NO}_2)_3\text{C}_6\text{H}_2\text{OH}$ ), 100 мл чистого этанола.
Травитель № 2	Kalling	33 мл дистиллированной воды, 33 мл 99 %-го этанола, 33 мл 32 %-ой соляной кислоты, 1,5 г $\text{CuCl}_2$ .
Травитель № 3	LePera	50 мл 1 %-ого водного раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ , 50 мл 4 %-ой пикриновой кислоты в спирте.
Травитель № 4	10 %-ый водный раствор метабисульфита	10 г метабисульфита натрия ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ ), 100 мл воды.

Измерение микротвердости проводили с использованием микротвердомера ПМТ-3 при нагрузках 50 и 100 г (ГОСТ 9450–76). В рамках количественного анализа с помощью программного пакета SIAMS

700 проводился расчет количества перлита, остаточного аустенита и бейнита.

В ходе отработки режимов цветного травления на изотермических и термокинетических образцах было отмечено, что при нанесении на поверхность шлифа вышеупомянутых травителей цветовая гамма микроструктуры была различной. Выявлено, что травители № 1 и № 2 взаимозаменяемы, так как с их помощью удалось визуализировать общую структуру стали на всех образцах (рис. 1, а, б). Травителем № 3 однозначно удалось разграничить мартенсит и бейнит на образцах после изотермической выдержки выше температуры начала мартенситного превращения (рис. 1, в). На рис. 1, в видно, что в промежутках между крупными бейнитными иглами, которые окрасились в синий цвет, находится мартенсит и остаточный аустенит. Таким образом, при использовании травителя № 3 бейнит, в зависимости от времени выдержки, окрашивается в цветовую гамму: от коричневого до синего, мартенсит имеет коричневато-рыжий оттенок, феррит голубой, остаточный аустенит остается белым. Травитель № 4 позволил вытравить структуру стали, окрашивая  $\alpha$ -фазу бейнита и мартенсита в синий цвет, но, чтобы безошибочно определить долю остаточного аустенита необходимо было перетравливать структуру. Мартенсит и бейнит полностью окрашивался в темно синие тона, аустенит остаточный оставался белым. Применение такого метода травления позволило количественно оценить долю остаточного аустенита, максимальное значение которого для исследуемых сталей достигло 5 %.

При травлении термокинетических образцов ни одним из травителей не удалось выполнить задачу разграничения мартенсита и бейнита. Можно лишь отметить, что с понижением скорости охлаждения характер структуры изменялся. При самых высоких скоростях, где предполагается образование структуры мартенсита, травление образца происходит медленнее, чем при низких скоростях охлаждения. Этот факт может говорить о том, что в микроструктуре стали с уменьшением скорости непрерывного охлаждения количество бейнита увеличивается.

В ходе дюрометрического анализа для термокинетических образцов, для обеих сталей и при обеих нагрузках, наблюдалась тенденция к росту общей микротвердости с увеличением скорости непрерывного охлаждения. Также можно отметить, что при каждой скорости охлаждения есть существенный разброс, который, по-видимому, связан с наличием различных структурных составляющих. В изотермических условиях при увеличении температуры выдержки в стали 22Х2Г2С2МФ наблюдается увеличение общего уровня микротвердости, а в стали 44Х2Г2С2МФ видна обратная зависимость при обеих нагрузках (рис. 2).

Повышение микротвердости в стали 22Х2Г2С2МФ связано с тем, что при самой высокой температуре изотермической выдержки в стали

присутствует большее количество мартенсита охлаждения, чем при самой маленькой температуре, где количество мартенсита охлаждения уменьшается, а количество бейнита увеличивается. Уменьшение микротвердости в стали 44X2Г2С2МФ связано с изменением морфологии бейнита и по мере увеличения температуры изотермической выдержки толщина бейнитных игл становится больше.

На рис. 3 показаны отпечатки микротвердости после изотермической заковки при температуре изотермической выдержки  $T_{изо} = 275\text{ }^{\circ}\text{C}$  для стали 44X2Г2С2МФ. Твердость темной бейнитной области равна 409 HV, а твердость предполагаемого мартенсита – 633 HV.

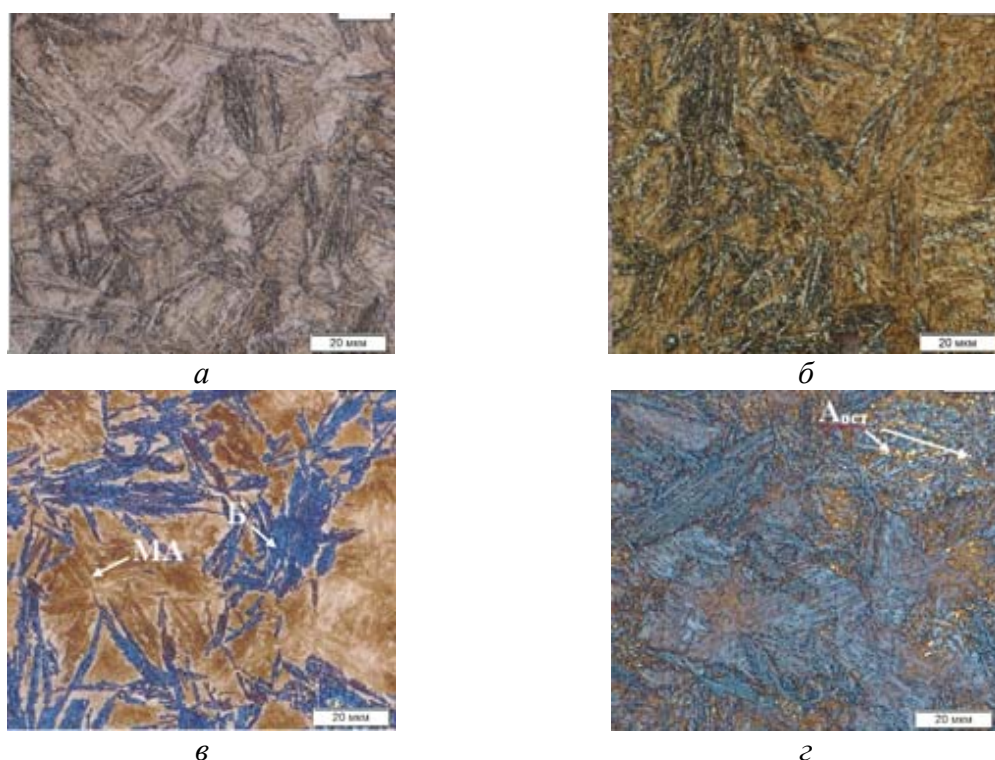


Рис. 1. Микроструктура стали 22X2Г2С2МФ после изотермической заковки с температурой изотермической выдержки  $375\text{ }^{\circ}\text{C}$ : *а* – травитель № 1; *б* – травитель № 2; *в* – травитель № 3; *г* – травитель № 4;  $\times 1000$

Таким образом, для выявления (разграничения) структурных составляющих в сталях бейнитного класса на оптическом микроскопе рекомендуется использовать травитель LePera, который в большинстве случаев позволяет вытравить как бейнитную, так и мартенситную составляющие. Однако, для наиболее четкого выделения остаточного аустенита из общей микроструктуры стали рекомендуется применять травитель № 4, компоненты которого содержатся в реактиве LePera.

Статистический анализ микротвердости на нетравленных микрошлифах при двух нагрузках позволил показать, что есть разброс

значений микротвердости после всех режимов термической обработки, что связано с наличием различных фазовых составляющих.

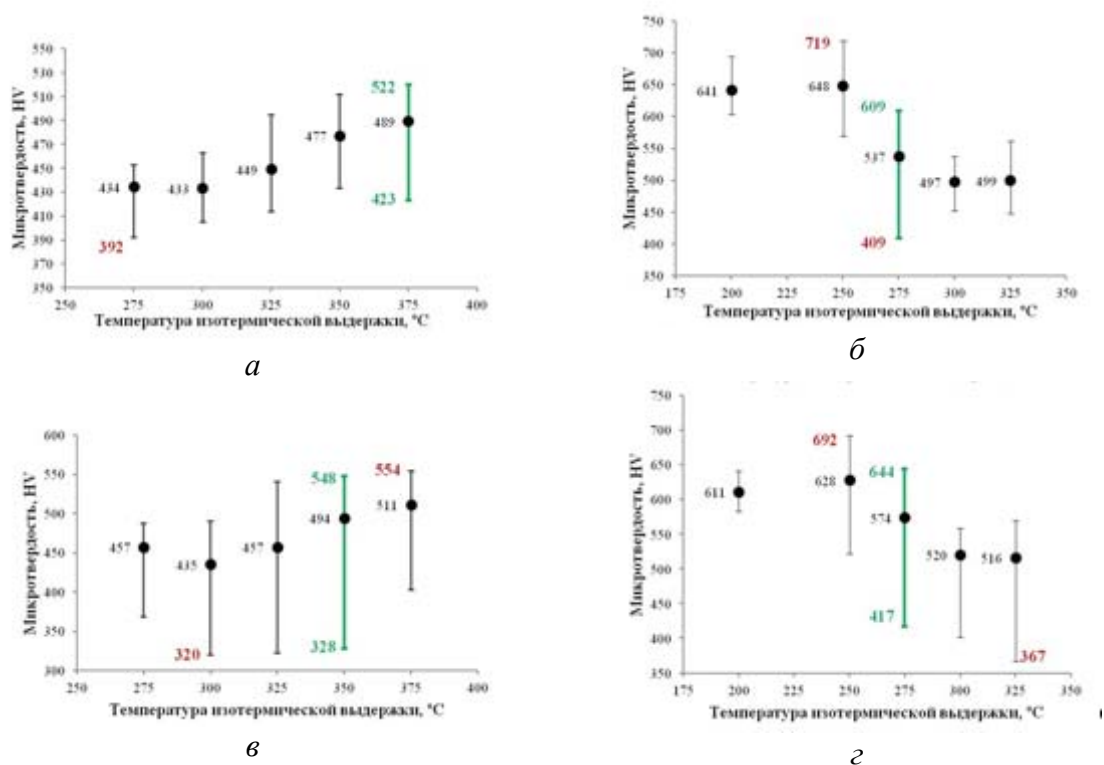


Рис. 2. Изменение микротвердости в сталях 22Х2Г2С2МФ (а, б) и 44Х2Г2С2МФ (в, г) в зависимости от температуры изотермической выдержки: а, в – нагрузка 100 грамм; б, г – нагрузка 50 грамм

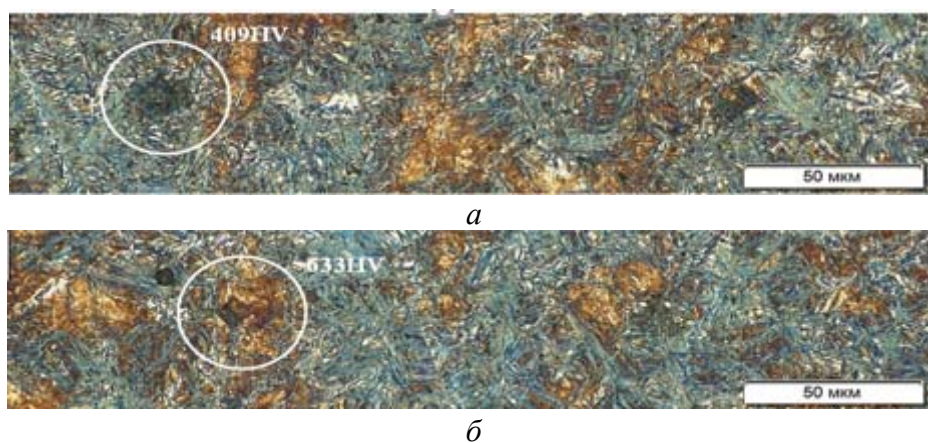


Рис. 3. Микроструктура и отпечатки микротвердости стали 44Х2Г2С2МФ после изотермической выдержки: а – нагрузка 100 грамм,  $T_{\text{изо}} = 275\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; б – нагрузка 50 грамм,  $T_{\text{изо}} = 275\text{ }^{\circ}\text{C}$

## ЛИТЕРАТУРА

1. George F. Vander Voort. Etching isothermally treated steels // Heat Treating Progress. 2001.

***Е. В. Додонова\****

Донецкий национальный технический университет, г. Донецк

\**heldon@globaltrans.su*

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук *В. А. Гольцов*

## КИНЕТИКА ИНДУЦИРОВАННЫХ ВОДОРОДОМ ДИФФУЗИОННЫХ ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ В СПЛАВЕ $Y_2Fe_{17}$

Исследована кинетика роста новых фаз в ходе индуцированных водородом прямого и обратного фазовых превращений в сплаве  $Y_2Fe_{17}$ . Показано, что развитие как прямого, так и обратного фазовых превращений замедляется с понижением температуры обработки. Построены изотермические кинетические диаграммы прямого и обратного фазового превращений. Установлено, что данные превращения протекают по механизму зарождения и роста, рассчитаны значения энергии их активации.

*Ключевые слова:* фазовое превращение, расчет диффузии, атомы водорода, РЗМ.

***Е. V. Dodonova***

## KINETICS OF HYDROGEN- INDUCED DIFFUSION PHASE TRANSFORMATIONS IN $Y_2Fe_{17}$ ALLOY

There has been investigated kinetics of growth of new phases during hydrogen-induced direct and reverse phase transformation in  $Y_2Fe_{17}$  alloy. It is shown that evolution of these phase transformations decrease with temperature transformation decreasing. It was determined that these phase transformations proceed by mechanism of nucleation and growth. It was built isothermal kinetic diagrams of both the direct and reverse phase transformations and established the activation energy values for these hydrogen-induced phase transformations.

*Keywords:* phase transformation, diffusion calculations, hydrogen atoms, REM.

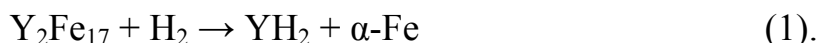
В настоящее время интерметаллические соединения типа  $R_2M_{17}$  ( $R = Sm, Y, Dy, Ho, Gd, M = Fe, Co$ ) привлекают значительное внимание вследствие их интересных магнитных свойств [1, 2]. В частности, соединения  $R_2M_{17}$  демонстрируют заметное улучшение магнитных свойств при их взаимодействии с атомами внедрения (H, N, C, B) [3–5].



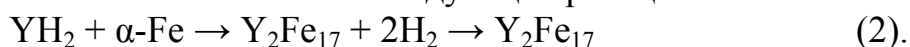
Хорошо известна новая перспективная технология – так называемый HDDR-процесс (гидрирование–декомпозиция–десорбция–рекомбинация) в сплавах типа  $R_2M_{17}$  ( $Sm_2Fe_{17}$ ,  $Sm_2Co_{17}$  и т. д.) Посредством индуцированных водородом фазовых превращений (ИВФП), имеющих обратимый характер, можно улучшить структуру и магнитные свойства сплавов для постоянных магнитов [6].

Наиболее важным аспектом HDDR – процесса является то, что при его протекании происходит заметное измельчение микроструктуры сплава – начальный размер зерен  $\sim 150$  мкм уменьшается до  $0,1\text{--}0,3$  мкм [6]. При намагничивании нанокристаллический порошок HDDR проявляет заметное улучшение магнитных свойств, что позволяет использовать обработанный измельченный сплав для производства изотропных и анизотропных постоянных магнитов.

При HDDR-обработке сплав  $Y_2Fe_{17}$  претерпевает прямое ИВФП при температурах выше  $500^\circ\text{C}$  и распадается на гидридную фазу  $YN_2$  и  $\alpha$ -фазу Fe по схеме:



В процессе эвакуации водорода при более высоких температурах происходит обратное фазовое превращение с рекомбинацией фаз, полученных в результате прямого превращения, в исходную матричную фазу  $Y_2Fe_{17}$ , которое может быть описано следующей реакцией:



После завершения стадии рекомбинации обработанный сплав, как правило, состоит из нанокристаллической фазы  $Y_2Fe_{17}$ .

Очевидно, что изучение кинетических особенностей вышеперечисленных ИВФП позволит контролировать микроструктуру и магнитные свойства этого сплава. Так, например, исследования кинетики прямого и обратного ИВФП, проведенных ранее в сплавах  $Sm_2Fe_{17}$  и  $Nd_2Fe_{14}B$  [7–8], дают возможность установить основные особенности этих преобразований; определить температурные интервалы протекания данного типа превращений; установить диффузионно-управляемый характер превращений; впервые построить Т–Т–Т диаграммы (температура – время превращения – степень превращения); установить влияние кинетических параметров на микроструктуру сплавов [9–10].

Для сплавов  $Y_2Fe_{17}$  вышеупомянутые кинетические особенности до настоящего времени не были известны, и поэтому основная цель настоящей работы – исследование особенностей кинетики прямого ИВФП (1) в сплаве  $Y_2Fe_{17}$  в диапазоне температур  $610\text{--}750^\circ\text{C}$  при давлении водорода  $0,1$  МПа, а также обратного ИВФП в данном сплаве в диапазоне температур  $630\text{--}750^\circ\text{C}$ .

Исследования кинетики прямых ИВФП проводилось на специальном водородно-вакуумном оборудовании с использованием магнитометрического метода Садикова [7]. Образцы сплава  $Y_2Fe_{17}$  в



виде порошка (диаметр частиц  $\sim 50$  мкм, масса обрабатываемого сплава  $\sim 1,2$  г) помещали в реакционную камеру, которая вакуумировалась до давления  $\sim 0,1$  Па. Затем сплав нагревали в вакууме до температур в пределах  $610\text{--}750$  °С. После создания изотермических условий реакционную камеру заполняли водородом до давления  $0,1$  МПа. Развитие прямых ИВФП в сплаве непрерывно контролировали по увеличению количества ферромагнитной фазы  $\alpha\text{-Fe}$  в образце.

После завершения прямого ИВФП в изотермических условиях при температурах от  $630$  до  $750$  °С, водород был эвакуирован вакуумным насосом до давления в рабочей камере  $\sim 10^{-2}$  Торр. С этого момента непрерывно контролировали развитие обратного ИВФП в сплаве  $\text{Y}_2\text{Fe}_{17}$  по уменьшению количества ферромагнитной фазы  $\alpha\text{-Fe}$  в образце. Затем, в соответствии с полученными данными, были построены изотермические кинетические кривые прямого и обратного ИВФП. Рентгеноструктурный анализ был выполнен с использованием дифрактометра ДРОН-3.

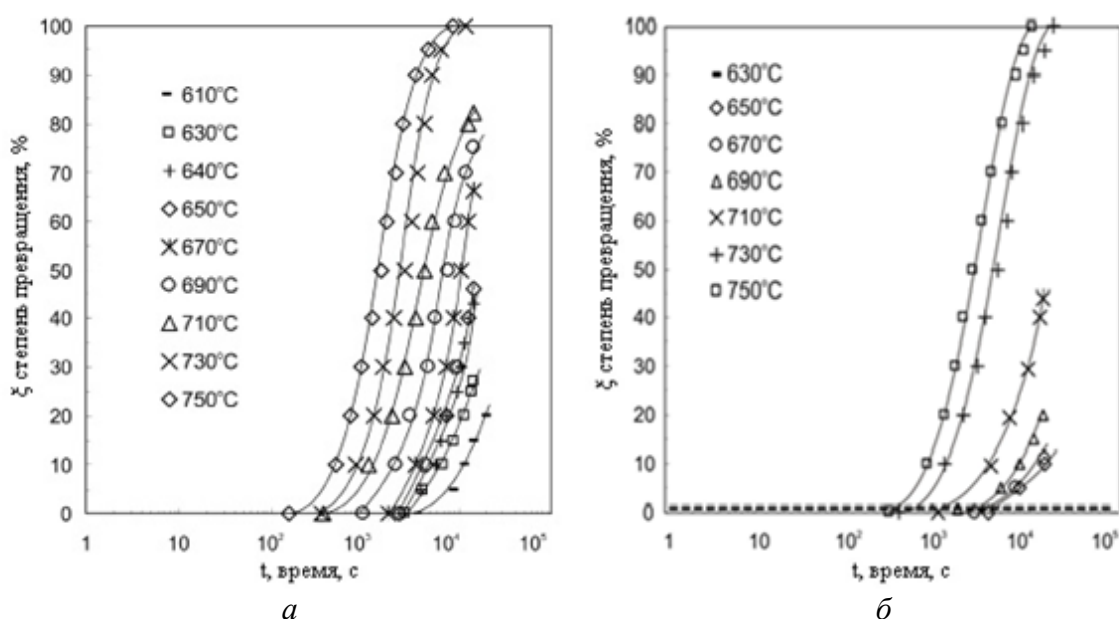


Рис. Кинетические кривые индуцированных водородом фазовых превращений при различных температурах обработки: *а* – прямое превращение; *б* – обратное превращение

Результаты исследования кинетики индуцированного водородом прямого фазового превращения в сплаве  $\text{Y}_2\text{Fe}_{17}$  обобщены на рисунке в виде кинетических кривых. Как видно из рис. *а*, с увеличением температуры в узком интервале ( $140$  °С) от  $610$  °С до  $750$  °С прямое фазовое превращение значительно ускоряется. Необходимо также отметить, что при всех температурах существует заметный инкубационный период (от  $0,33 \times 10^4$  с при  $640$  °С до  $0,015 \times 10^4$  с при  $760$  °С).

На рис. 6 представлены результаты исследования обратного ИВФП в сплаве  $Y_2Fe_{17}$  при различных температурах, из которых следует, что при обратном превращении, как и при прямом, наблюдается значительный рост скорости превращения при увеличении температуры обработки в узком интервале температур (120 °С) от 630 °С до 750 °С. Необходимо также отметить, что при всех температурах также наблюдается инкубационный период обратного фазового превращения (от  $0,72 \times 10^4$  с при 650 °С до  $0,0288 \times 10^4$  с при 750 °С), что заметно больше, чем для прямого превращения при аналогичных температурах.

Форма кинетических кривых, как для прямого, так и для обратного ИВФП, свидетельствующая о постепенном замедлении превращения с понижением температуры, а также зависимость инкубационного периода от температуры, позволяет предположить, что данные фазовые превращения протекают по механизму зарождения и роста [11]. Необходимо отметить, что полученные результаты согласуются с ранее полученными данными для сплавов  $Nd_2Fe_{14}V$  и  $Sm_2Fe_{17}$  [7, 8]. Фазовые превращения в этих сплавах значительно ускоряются при повышении температуры обработки в пределах 610–750 °С. Анализ механизма изучаемых превращений, а также расчет энергии активации прямого и обратного ИВФП осуществляли в рамках классической кинетической теории фазовых превращений [11].

Определены значения энергии активации для различных степеней превращения, которые составили для прямого превращения от 163 до 242 кДж / моль, для обратного от 227 до 383 кДж / моль. Полученные значения энергии активации соответствуют значениям энергии активации диффузии атомов железа в сплавах R-T (где R – редкоземельный металл, T – переходный металл)  $\sim 250$  кДж / моль [14], и самодиффузии атомов Fe в матрице  $\alpha$ -Fe (196–306 кДж/моль) [15, 16], тогда как энергия активации диффузии атомов водорода в сплавах R–T составляет  $\sim 45$  кДж / моль [14].

Следовательно, можно полагать, что описанное выше прямое и обратное ИВФП в сплаве  $Y_2Fe_{17}$  контролируется диффузией атомов железа.

Таким образом, в данной работе исследована кинетика индуцированных водородом прямого и обратного фазовых превращений в сплаве  $Y_2Fe_{17}$ . Показано, что развитие как прямого, так и обратного фазовых превращений ускоряется с повышением температуры обработки. Построены изотермические кинетические диаграммы прямого и обратного фазового превращений. Установлено, что данные превращения протекают по механизму зарождения и роста, рассчитаны значения энергии их активации, которые сопоставимы со значениями энергии активации диффузии атомов железа в сплавах редкоземельных и переходных металлов, из чего можно предположить, что изучаемые ИВФП контролируются диффузией атомов железа.

## ЛИТЕРАТУРА

1. The study of magnetocaloric effect in  $R_2Fe_{17}$  ( $R = Y, Pr$ ) alloys / K. Mandal [et al.] // Phys. D. : Appl. Phys. 2004. Vol. 262, № 19. P. 26–28.
2. Magnetic properties of  $Gd_2Co_{17-x}Si_x$  Compounds / Bao-gen Shen [et al.] // Appl. Phys. Lett. 1995. Vol. 15. № 3. P. 223–225.
3. Fujii H. Interstitial alloys as hard magnetic materials / H. Fujii, I. Sasaki, K. Koyama // J. Magn. Magn. Mater. 2002. Vol. 242–245. № 1. P. 59–65.
4. Effect of interstitial hydrogen and nitrogen on the magnetocrystalline anisotropy of  $Y_2Fe_{17}$  / S. A. Nikitin [et al.] // J. Alloys Compd. 1997. Vol. 260. P. 5–6.
5. Bartolome' J. Magnetic relaxation phenomena in  $R_2Fe_{17}$  ( $R = Y, Dy, Er, Ho$ ) and C and H derivatives / J. Bartolome [et al.] // J. Alloys Compd. 2003. Vol. 208–210. P. 356–357.
6. Liu Yi. Handbook of Advanced Magnetic Materials / Yi Liu, D. J. Sellmyer, D. Shindo. Boston : Springer, 2006. P. 1802.
7. Rybalka S. B. Some kinetic and microstructural aspects during hydrogen-induced phase transformations in  $Nd_2Fe_{14}B$  alloys / S. B. Rybalka, E. V. Dodonova, V. A. Didus // J. Alloys Comp. 2005. V. 401–406. P. 588–594.
8. Rybalka S. B. The kinetics of growth of new phases during hydrogen-induced phase transformations in  $Sm_2Fe_{17}$  hard magnetic alloy / S. B. Rybalka, E. V. Dodonova, K. P. Skokov // Bull. South Ural State University: Mathematics, Mechanics, Physics. 2011. Vol. 32, № 5. P. 109–114.
9. The disproportionated structure of  $Sm_2Fe_{17}$  observed by high resolution scanning electron microscopy / J. C. Clarke [et al.] // J. Alloys Compd. 1996. Vol. 232. P. L12–L15.
10. Rybalka S. B. Nanocrystalline microstructure formation during hydrogen-induced phase transformations in  $Nd_2Fe_{14}B$  hard magnetic alloy / S. B. Rybalka // Letters on Materials. 2012. Vol. 2. № 1. P. 49–53.
11. Christian J. W. The Theory Transformations in Metals and Alloys / J. W. Christian. Oxford: Pergamon Press, 2002. P. 1193.
12. Becker R. Kinetische behandlung der keimbildung in uebersaetigen daempfen / R. Becker, W. Doering // Ann. Der Phys. 1935. Vol. 24. № 8. P. 712–752.
13. Becker R. Die keimbildung bei der ausscheidung in metallischen mischkristallen / R. Becker // Ann. Der Phys. 1938. Vol. 32. № 1. P. 128–138.
14. Coey J. M. D. Interstitial intermetallics / J. M. D. Coey // J. Magn. Magn. Mater. 1996. Vol. 159. P. 80–86.
15. De Campos M. F. Modeling the Heat Treatment of Dy-Diffused  $Nd_2Fe_{14}B$  Magnets: The Shell Model / M. F. de Campos // Materials Science Forum. 2012. Vol. 727–728. P. 146–150.
16. Герцрикен С. Д. Диффузия в металлах и сплавах в твердой фазе / С. Д. Герцрикен, И. Я. Дехтяр. Москва : ГИФМЛ, 1960. 564 с.

**А. А. Лебедева<sup>1\*</sup>, Е. В. Додонова<sup>2</sup>, С. Б. Рыбалка<sup>1</sup>**

<sup>1</sup> Брянский государственный технический университет, г. Брянск

<sup>2</sup> Донецкий национальный технический университет, г. Донецк

\*kineticx@bk.ru

## АНАЛИЗ КИНЕТИКИ ПРЯМЫХ ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ, ИНДУЦИРОВАННЫХ ВОДОРОДОМ, В СПЛАВАХ $Y_2Fe_{17}$ В РАМКАХ МОДЕЛИ КОЛМОГОРОВА

Кинетика индуцированного водородом прямого фазового превращения в магнитотвердом сплаве  $Y_2Fe_{17}$  проанализирована в рамках кинетической модели Колмогорова. Установлено, что индуцированное водородом прямое фазовое превращение в магнитотвердом сплаве  $Y_2Fe_{17}$  классифицируется как диффузионно-контролируемое превращение, реализующееся по механизму зарождения и роста с убывающей скоростью зарождения центров новых фаз –  $\alpha$ -Fe и  $YH_2$ . На основе кинетической теории фазовых превращений Колмогорова получено кинетическое уравнение, хорошо описывающее изотермические кинетические кривые фазового превращения в сплаве  $Y_2Fe_{17}$  в зависимости от температуры превращения.

*Ключевые слова:* кинетика, фазовые переходы, магнитные сплавы.

***A. A. Lebedeva, E. V. Dodonova, S. B. Rybalka***

## ANALYSIS OF HYDROGEN-INDUCED DIRECT PHASE TRANSFORMATION KINETICS IN $Y_2Fe_{17}$ ALLOY ON THE BASE OF KOLMOGOROV'S MODEL

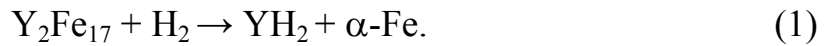
Kinetics of the hydrogen induced direct phase transformation in  $Y_2Fe_{17}$  hard magnetic alloy has been analyzed in framework of Kolmogorov's kinetic model. It is established that hydrogen induced direct phase transformation in  $Y_2Fe_{17}$  hard magnetic alloy classified as diffusion controlled transformation which occurs by mechanism of nucleation and growth with decreasing nucleation rate of new phases –  $\alpha$ -Fe and  $YH_2$ . On the base of Kolmogorov's kinetic theory of the phase transformations has been obtained kinetic equation that well described the isothermal kinetic curves of phase transformation in  $Y_2Fe_{17}$  alloy depending on transformation temperature.

*Keywords:* kinetics, phase transitions, magnetic alloys.

$R_2M_{17}$  compounds ( $R$ –Sm, Y,  $M$ –Fe, Co) demonstrate very interesting magnetic phenomenon during their interaction with interstitial atoms (H, N, C, B) [1–3]. In particular, the new perspective technology well known as a HDDR-

process (Hydrogenation–Decomposition–Desorption–Recombination) in  $R_2M_{17}$  type alloys ( $Sm_2Fe_{17}$ ,  $Sm_2Co_{17}$  etc.) alloys for permanent magnets allows improve their structure and magnetic properties by hydrogen-induced reversible phase transformations [4]. The most significant aspect of the HDDR process is that there is a dramatic change in the microstructure alloy from an initial grain size of typically  $\sim 150\mu m$  to a very fine, uniform grain size of about  $0.1\text{--}0.3\mu m$  [4]. On magnetisation, the HDDR nanocrystalline powder exhibits an appreciable coercivity and this means that, in its simplest net shape form, the powder can be mixed with a thermosetting resin to produce an isotropic and anisotropic permanent magnet by compression moulding.

In particular, at HDDR-treatment the  $Y_2Fe_{17}$  alloy undergoes the direct hydrogen-induced phase transformation at temperatures above  $500^\circ C$  with decomposition of initial alloy on hydride  $YH_2$  phase and  $\alpha$ -phase of Fe that can be described by the following phase scheme [5]:



For  $Y_2Fe_{17}$  alloy above-mentioned kinetic peculiarities have been established earlier in work [5] and was established diffusive-controlled character of such transformations. In this study the main goal is analysis of transformation peculiarities in framework of the Kolmogorov–Johnson–Mehl–Avrami (KJMA) theory [6]. The results of studying a direct hydrogen-induced phase transformation in  $Y_2Fe_{17}$  alloy [5] are generalized in Figure 1a. As can be seen from Fig. 1a, with increasing of transformation temperature in narrow interval ( $140^\circ C$ ) from  $610^\circ C$  up to  $750^\circ C$  the direct phase transformation lead to very strong acceleration of transformation in some order of magnitude.

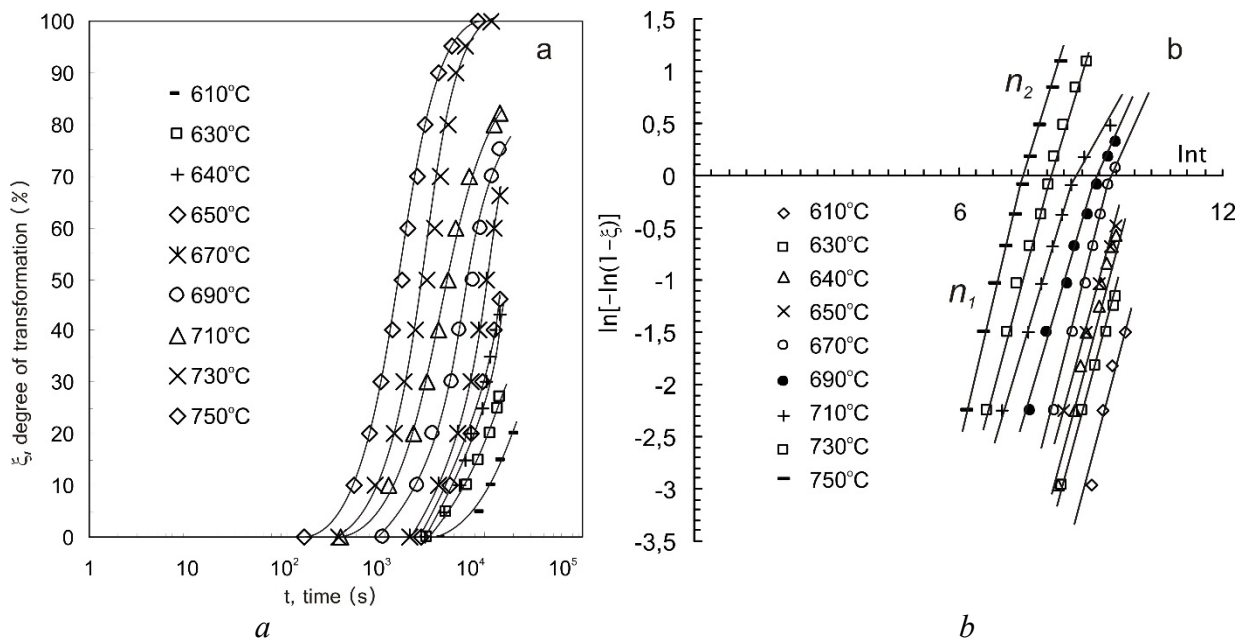


Fig. 1. Kinetic curves of direct hydrogen-induced phase transformation in  $Y_2Fe_{17}$  alloy (a);  $\ln[-\ln(1-\xi)]$  dependence on  $\ln t$  for direct hydrogen-induced phase transformation in  $Y_2Fe_{17}$  alloy (b)

Then for further analyses has been used the KJMA theory. According to this theory [6], a degree of transformation  $\xi$  can be described by the following expression:

$$\xi = 1 - \exp(-kt^n), \quad (2)$$

where  $t$  is a transformation time and  $k$  and  $n$  are kinetic variables.

It is known that if the experimental results reconstruct in coordinates  $\ln[-\ln(1-\xi)]$  versus  $\ln t$ , it is possible to establish a kinetic constant  $n$  that gives us some important information about the most probable mechanisms of transformations. With this aim the experimental data from Fig. 1a were re-plotted in coordinates  $\ln[-\ln(1-\xi)]$  versus  $\ln t$  as it shown in Fig. 1b. As can be seen from Fig. 1b at temperatures interval of 670–750 °C there are two linear parts – before of 50% of transformation ( $n_1$ ) and after 50 % of transformation ( $n_2$ ) as shown in Table 1.

According to Cahn's theory [6, 7], this is provoked by the saturation of nucleation sites. Before saturation of nucleation sites, the  $k$  coefficient in Equation (2) is proportional to the nucleation rate and growth and then it is proportional to the growth rate only.

Table 1

Kinetic constant  $n$  value in Eq. (2) for direct hydrogen-induced phase transformation in  $Y_2Fe_{17}$  alloy obtained from KJMA plot on Fig. 1b

$T, ^\circ C$	610	630	640	650	670	690	710	730	750
$n_1 (\xi < 50\%)$	1,88	1,46	1,83	1,53	1,71	1,51	1,37	1,67	1,74
$n_2 (\xi > 50\%)$					1,52	1,11	0,83	1,58	1,29

Because of this, value of kinetic constant  $n$  that varying from  $\sim 1$  up to  $\sim 1.9$  corresponds to diffusion controlled growth with decreasing nucleation rate of new phases ( $\alpha$ -Fe and  $YH_2$ ) in accordance with KJMA theory [6].

On the other hand, in accordance with the Kolmogorov theory the kinetic constant  $n = 4$  or  $n = 3$  [8], but in case when the saturation of nucleation sites occurs at the initial stage of transformation in accordance with Cahn's approach kinetic constant value  $n$  can be decreased to 2 or 1 [6, 7]. In our case as follows from experimental data from Table 1 the kinetic constant value  $n \approx 2$ . Further, on the assumption that the kinetic constant  $n = 2$  the kinetic coefficient  $k$  value was calculated from Eq. (2) with taking into account of experimental data from Fig. 1a for different of transformation temperature of direct hydrogen-induced phase transformation in  $Y_2Fe_{17}$  alloy that are presented in table 2.

Table 2

Kinetic coefficient  $k$  value calculated from Eq. (2) at kinetic constant  $n = 2$

$T (K)$	923	943	963	983	1003	1023
$k (c^{-2})$	$2,97 \times 10^{-9}$	$5,88 \times 10^{-9}$	$1,31 \times 10^{-8}$	$3,2 \times 10^{-7}$	$0,97 \times 10^{-7}$	$2,79 \times 10^{-7}$

Then, was plotted dependence the kinetic coefficient  $k$  from transformation temperature  $T$  that is shown in Fig. 2a. In accordance with [9, 10] the kinetic coefficient  $k$  (that is proportional to the nucleation rate and growth) can be approximated in dependence on transformation temperature  $T$  by following equation:

$$k \approx aTe^{-\frac{U}{RT}}, \quad (3)$$

where  $T$  is a transformation temperature (K),  $R = 8,31 \text{ J/(mol}\cdot\text{K)}$  is the gas constant,  $U=250 \text{ kJ/mol}$  is the activation energy of transformation and  $a$  is the constant. Approximation the data for kinetic coefficient  $k$  dependence on transformation temperature  $T$  in Fig. 2a give us the following expression:

$$k \approx 1.17 \times 10^3 Te^{-\frac{U}{RT}} \quad (4)$$

Then, substitute equation (4) into equation (2) we can obtain kinetic equation for volume of the transformed area  $\xi$  in dependence on transformation time  $t$  and temperature  $T$ :

$$\xi = 1 - \exp(-1.17 \times 10^3 Te^{-\frac{U}{RT}} t^2), \quad (5)$$

where  $t$  is a transformation time (s),  $T$  is a transformation temperature (K),  $R = 8,31 \text{ J/(mol}\cdot\text{K)}$  is the gas constant,  $U = 250 \text{ kJ/mol}$  is the activation energy of transformation [10] and kinetic constant  $n = 2$ . In Fig. 2b are generalized kinetic curves of direct hydrogen-induced phase transformation in  $\text{Y}_2\text{Fe}_{17}$  alloy calculated by Eq. (5) for various transformation temperature.

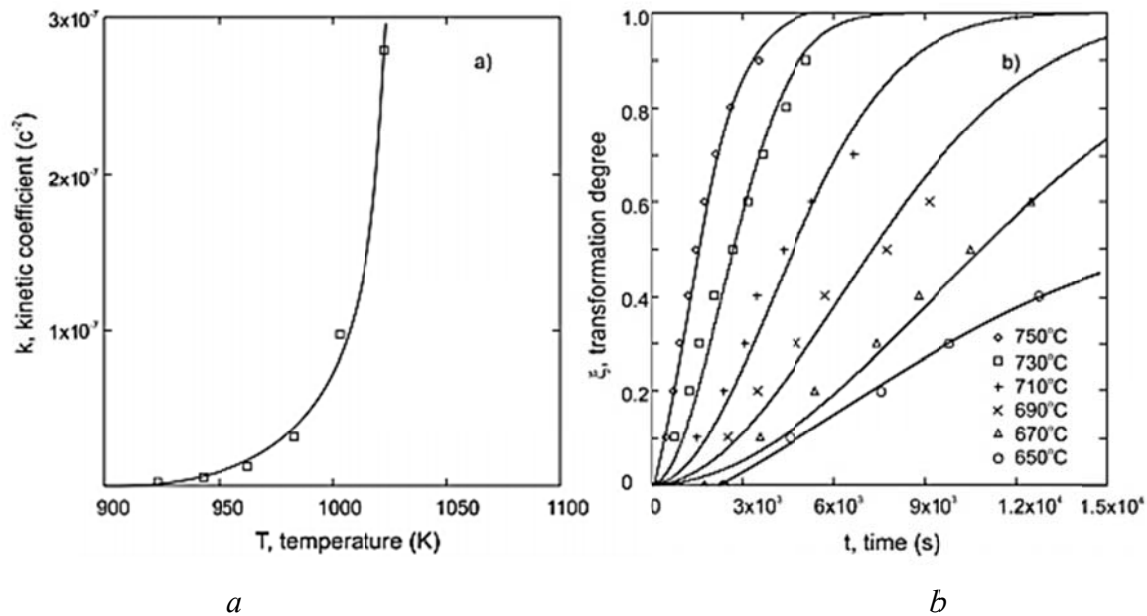


Fig. 2. (a) Kinetic coefficient  $k$  dependence on transformation temperature for direct hydrogen-induced phase transformation in  $\text{Y}_2\text{Fe}_{17}$  alloy; (b) kinetic curves of direct hydrogen-induced phase transformation in  $\text{Y}_2\text{Fe}_{17}$  alloy calculated by Eq. (5) for various transformation temperature (dots – experimental data)

As can be seen from this figure the calculated curves well approximate experimental kinetic data transformation from Fig. 1a [5]. Therefore, the kinetic equation of form Eq. (5) obtained on the base of Kolmogorov's kinetic theory of the phase transformations can be used for describing of the kinetics of hydrogen induced direct phase transformations in  $Y_2Fe_{17}$  alloy.

Finally, on the base of analysis in framework of Kolmogorov's theory the direct hydrogen-induced phase transformation in  $Y_2Fe_{17}$  alloy can be classified as diffusion controlled transformation which occurs by mechanism of nucleation and growth with decreasing nucleation rate of new phases ( $\alpha$ -Fe and  $YH_2$ ). In addition it is established that the kinetics of this transformation can be good approximated by kinetic equation of form Eq. (5).

## REFERENCES

1. Fujii H. Interstitial alloys as hard magnetic materials / H. Fujii, I. Sasaki, K. Koyama // *J. Magn. Magn. Mater.* 2002. V. 242–245. P. 59–65.
2. Kawamoto A.  $Sm_2Fe_{17}N_3$  magnet powder made by reduction and diffusion method / A. Kawamoto, T. Ishikawa et al. // *IEEE Transactions on Magnetics*. 1999. V. 35 (5). P. 3322–3324.
3. Mandal K. The study of magnetocaloric effect in  $R_2Fe_{17}$  ( $R = Y, Pr$ ) alloys / K. Mandal, A. Yan, P. Kersch [et al.] // *J. Phys. D: Appl. Phys.* 2004. V. 37 (19). P. 2628–2631.
4. Yi Liu. Handbook of Advanced Magnetic Materials / Yi Liu, D. J. Sellmyer, D. Shindo. Boston : Springer, 2006. 1802 p.
5. Dodonova E. V., Rybalka S. B. Kinetics of hydrogen-induced direct phase transformation in  $Y_2Fe_{17}$  hard magnetic alloy // *Letters on Materials*. 2013. V. 3 (3). P. 209–211.
6. Christian J. W. The Theory Transformations in Metals and Alloys / J. W. Christian. Oxford : Pergamon Press, 2002. 1193 p.
7. Cahn J. W. The kinetics of grain boundary nucleated reactions // *Acta Metallurgica*. 1956. V. 4 (5). P. 449–459.
8. Kolmogorov A. N. To the statistical theory of a crystallization of metals // *Izv. Akad. Nauk USSR, Ser. Matem.* 1937. V. 3. P. 355–359.
9. Lyubov B. Ya. The kinetic theory of phase transformations / B. Ya. Lyubov. Moscow : Metallurgiya, 1969. 263 p.
10. Rybalka S. B. Kinetic model for hydrogen-induced direct phase transformations in  $R_2Fe_{17}$  ( $R = Sm, Y$ ) // *Letters on Materials*. 2015. V. 5 (4). P. 437–441.



***В. Д. Игнатюк, Р. Ф. Шамсутдинов\*, Е. В. Свиденко***

Оренбургский государственный университет, г. Оренбург

\* *romal204@mail.ru*

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук *С. И. Богодухов*

## ИЗУЧЕНИЕ ВЛИЯНИЯ НЕПРЕРЫВНОГО ЛАЗЕРНОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ НА ФАЗОВЫЕ И СТРУКТУРНЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ ТВЕРДОГО СПЛАВА T15K6

На основании представленной рентгенограммы вычислены параметры тонкой структуры, установлена взаимосвязь между изменением микротвердости и параметрами тонкой структуры для сплава T15K6 после различных режимов лазерного воздействия.

*Ключевые слова:* лазерная обработка, термическая обработка, твердый сплав.

***V. D. Ignatyuk, R. F. Shamsutdinov, E. V. Svidenko***

## THE STUDY OF THE INFLUENCE OF CONTINUOUS LASER IMPACT ON THE PHASE AND STRUCTURAL TRANSFORMATIONS OF SOLID ALLOY T15K6

On the basis of the submitted roentgenogram, parameters of thin structure are calculated, the interrelation between change of microhardness and parameters of thin structure for T15K6 alloy after various modes of laser influence is established.

*Keywords:* laser treatment, thermal treatment, solid alloy.

Придя на смену инструментальным и быстрорежущим сталям, твердые сплавы оказали и оказывают огромное влияние на развитие всех отраслей промышленности. Твердые сплавы в настоящее время являются распространенным инструментальным материалом, широко применяемым в инструментальной промышленности. За счет наличия в структуре тугоплавких карбидов твердосплавный инструмент обладает высокой твердостью (от 80 до 92 HRA), теплостойкостью (от 800 до 1000 °C), поэтому ими можно работать со скоростями, в несколько раз превышающими скорости резания для быстрорежущих сталей. Практически нет ни одной ведущей отрасли, которая в той или иной мере не применяла твердые сплавы.

В данной работе пластины режущие сменные многогранные твердосплавные пятигранной формы с отверстием ГОСТ 19064–80 из твердого сплава марки T15K6 подвергались непрерывному воздействию

лазером по различным режимам на лазерном станке ЛК3015лс07 по контуру впадины режущей кромки.

Результаты исследования микротвердости и режимы лазерного воздействия приведены в таблице.

Таблица

Изменение микротвердости твердосплавных пластин пятигранной формы из твердого сплава марки Т15К6 в зависимости от режимов лазерного воздействия

Образец	Режим лазерного воздействия	Микротвердость, $H_{\mu}$ , Н/мм <sup>2</sup>
Исходный	—	1636
1	100 Вт, 10 мм/с	1752
2	100 Вт, 20 мм/с	1721
3	100 Вт, 30 мм/с	1685
4	100 Вт, 40 мм/с	1653
5	200 Вт, 10 мм/с	1820
6	200 Вт, 20 мм/с	1758
7	200 Вт, 30 мм/с	1721
8	200 Вт, 40 мм/с	1706
9	300 Вт, 10 мм/с	1890
10	300 Вт, 20 мм/с	1786
11	300 Вт, 30 мм/с	1757
12	300 Вт, 40 мм/с	1703
13	400 Вт, 10 мм/с	2756
14	400 Вт, 20 мм/с	2465
15	400 Вт, 30 мм/с	2168
16	400 Вт, 40 мм/с	1904

Анализ данных таблицы показывает повышение микротвердости у опытных образцов после непрерывного лазерного воздействия по сравнению с исходным состоянием. Так, у исходного образца микротвердость составляет 1636 Н/мм<sup>2</sup>, у образцов после лазерного воздействия – среднестатистически 1890 Н/мм<sup>2</sup>. Увеличение твердости составляет  $\approx 10\text{--}15\%$ .

На рисунке представлена рентгенограмма с наложением пиков интенсивности исходного образца и после лазерного воздействия. На рентгенограмме наблюдается вытягивание карбидных пиков, а также образование в поверхностном слое карбидной фазы типа  $W_2C$ .

Для оценки локальных искажений кристаллической решетки после лазерного воздействия провели расчет изменения параметров решетки ( $a$  и  $c$ , Å) и степени тетрагональности ( $c/a$ ). Следует отметить, что на различных режимах лазерного воздействия параметры решетки и степень тетрагональности менялись незначительно в пределах  $\approx 0,05\text{--}0,1\%$ .

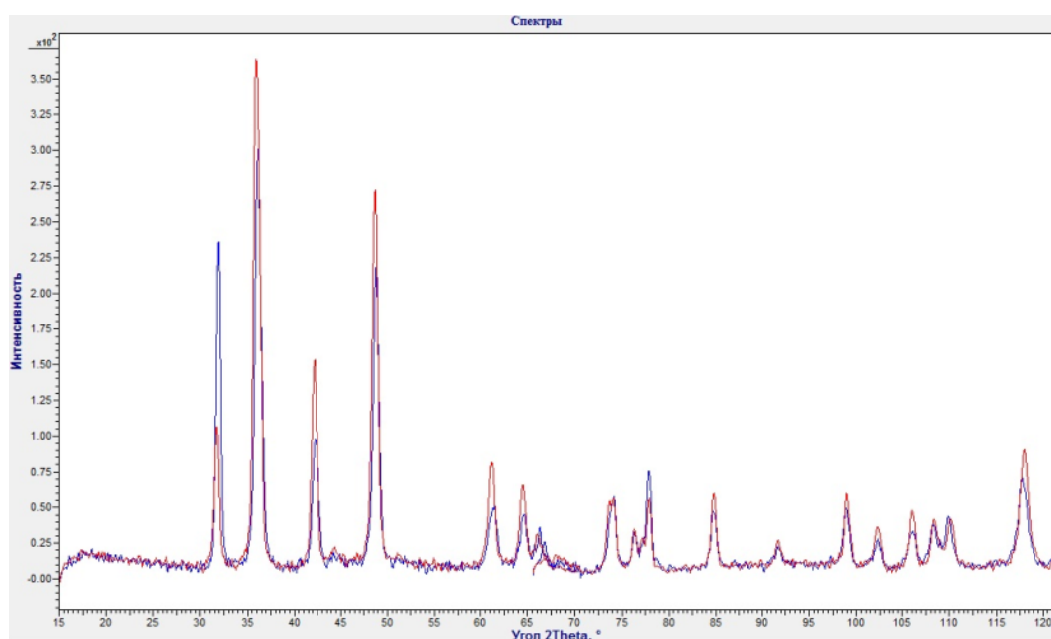


Рис. Совмещенная рентгенограмма твердого сплава Т15К6:

■ — исходный образец; ■ — образец после лазерной обработки

На основании проведенных исследований выявлено повышение микротвердости поверхностного слоя твердого сплава Т15К6 после непрерывного лазерного воздействия. Тенденция упрочнения связана со структурными и фазовыми превращениями на этапе лазерного воздействия: с образованием карбида  $W_2C$ , с насыщением кобальтовой связки вольфрамом. Упрочняющим фактором является высокая скорость нагрева и охлаждения, приводящая к образованию высокодисперсионной структуры, обладающей высокой твердостью.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Горелик С. С. Рентгенографический и электронно-оптический анализ: учеб. пособие для вузов / С. С. Горелик, Ю. А Скаков, Л. Н. Расторгуев. 3-е изд., доп. и перераб. Москва : МСИС, 1994. 328 с.

УДК 621.762

***В. Д. Игнатюк, Р. Ф. Шамсутдинов\*, Е. В. Свиденко***

Оренбургский государственный университет, г. Оренбург

\* *romal204@mail.ru*

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук *С. И. Богодухов*

## ИЗУЧЕНИЕ ВЛИЯНИЯ НЕПРЕРЫВНОГО ЛАЗЕРНОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ НА ИЗНОСОСТОЙКОСТЬ ТВЕРДОГО СПЛАВА Т15К6

В данной работе было проведено исследование износостойкости твердого сплава Т15К6 после различных режимов непрерывного лазерного воздействия. Были проведены стойкостные испытания резанием и алмазно-абразивные испытания на износ на машине трения.

*Ключевые слова:* лазерная обработка, термическая обработка, твердый сплав, износостойкость.

***V. D. Ignatyuk, R. F. Shamsutdinov, E. V. Svidenko***

## THE STUDY OF THE INFLUENCE OF CONTINUOUS LASER IMPACT ON WEAR-RESISTANCE OF SOLID ALLOY T15K6

In this paper, a study was made of the wear resistance of a hard alloy T15K6 after various modes of continuous laser action. Steady state testing of cutting and diamond-abrasive tests for wear on the friction machine were carried out.

*Keywords:* laser treatment, thermal treatment, solid alloy, wear resistance.

Для увеличения срока службы инструменты из твердого сплава применяются различные способы упрочнения. Одним из новейших способов упрочнения поверхности твердых сплавов является лазерное воздействие.

В данной работе пластины режущие сменные многогранные твердосплавные пятигранной формы с отверстием ГОСТ 19064–80 из твердого сплава марки Т15К6 подвергались непрерывному воздействию лазером по различным режимам на лазерном станке ЛК 3015 лс 07 по контуру впадины режущей кромки.

Режимы непрерывного лазерного воздействия приведены в табл. 1.

Таблица 1

Режимы непрерывного лазерного воздействия на твердосплавные пластины пятигранной формы из твердого сплава марки Т15К6

Образец	Режим лазерного воздействия
1	100 Вт, 10 мм/с
2	100 Вт, 20 мм/с
3	100 Вт, 30 мм/с
4	100 Вт, 40 мм/с
5	200 Вт, 10 мм/с
6	200 Вт, 20 мм/с
7	200 Вт, 30 мм/с
8	200 Вт, 40 мм/с
9	300 Вт, 10 мм/с
10	300 Вт, 20 мм/с
11	300 Вт, 30 мм/с
12	300 Вт, 40 мм/с
13	400 Вт, 10 мм/с
14	400 Вт, 20 мм/с
15	400 Вт, 30 мм/с
16	400 Вт, 40 мм/с

Стойкостные испытания резанием пластин проводили на вертикально-фрезерном станке модели 6Т12. В качестве инструмента использовали торцовую фрезу диаметром 100 мм с механическим креплением испытываемых пластин.

Фрезерование производили без охлаждения, двумя пластинами, при этом режим резания носил ударный характер, т. к. диаметр фрезы больше ширины обрабатываемой заготовки. Число проходов – 5.

Режимы резания:

$V = 197$  м/мин,

$t = 1$  мм,

$S = 160$  мм/мин,

$b = 90$  мм.

Обработке подвергали заготовки из стали 40Х (ГОСТ 4543–71). Размер заготовки 160 × 60 × 90 мм. Результаты испытаний приведены в табл. 2.

Таблица 2

Изменение износа при резании твердосплавных пластин  
в зависимости от режимов лазерного воздействия

Образец	Режим лазерного воздействия	Износ при резании, мм	
		По передней поверхности	По задней поверхности
Исходный	–	0,14/0,16	0,16/0,12
1	100 Вт, 10 мм/с	0,06/0,12	0,04/0,12
2	100 Вт, 20 мм/с	0,06/0,1	0,08/0,1
3	100 Вт, 30 мм/с	0,04/0,02	0,04/0,04
4	100 Вт, 40 мм/с	0,02/0,06	0,08/0,06
5	200 Вт, 10 мм/с	0,04/0,1	0,06/0,08
6	200 Вт, 20 мм/с	0,02/0,02	0,04/0,04
7	200 Вт, 30 мм/с	0,16/0,04	0,1/0,06
8	200 Вт, 40 мм/с	0,14/0,16	0,14/0,14
9	300 Вт, 10 мм/с	0,04/0,14	0,08/0,14
10	300 Вт, 20 мм/с	0,04/0,14	0,06/0,1
11	300 Вт, 30 мм/с	0,06/0,02	0,08/0,02
12	300 Вт, 40 мм/с	0,06/0,04	0,08/0,02
13	400 Вт, 10 мм/с	скол/скол	скол/скол
14	400 Вт, 20 мм/с	0,1/0,02	0,08/0,04
15	400 Вт, 30 мм/с	0,04/0,04	0,02/0,02
16	400 Вт, 40 мм/с	0,06/0,02	0,04/0,02

Анализ данных таблицы 2 показывает уменьшение износа у опытных образцов после лазерного воздействия по сравнению с исходным состоянием. Так, у исходного образца износ средне статистически составляет: по задней поверхности – 0,14 мм, по передней – 0,15 мм. У образцов после лазерного воздействия – средне статистически: по задней поверхности – 0,13 мм, по передней – 0,132 мм. Уменьшение износа составило: по задней поверхности  $\approx 7,14\%$ , по передней  $\approx 12\%$ .

Алмазно-абразивные испытания на износ осуществляли по следующему принципу: предварительно взвешенную пластину закрепляли в державку, прижимаемую рычагом к поверхности алмазного круга, алмазный круг приводится в движении электродвигателем, проводили истирание в течении выбранного времени, после чего повторно взвешивали пластину и вычисляли потерю массы.

Диаметр алмазного круга составляет 140 мм, а частота его вращения – 2750 об/мин. Истирание образцов проводили три минуты. Результаты испытаний приведены в табл. 3.

Таблица 3

Изменение массы твердого сплава T15K6 при истирании  
в зависимости от режимов лазерной обработки

Образец	Режим лазерного воздействия	Износ по массе, г
Исходный	–	0,449
1	100 Вт, 10 мм/с	0,238
2	100 Вт, 20 мм/с	0,224
3	100 Вт, 30 мм/с	0,238
4	100 Вт, 40 мм/с	0,222
5	200 Вт, 10 мм/с	0,226
6	200 Вт, 20 мм/с	0,244
7	200 Вт, 30 мм/с	0,289
8	200 Вт, 40 мм/с	0,316
9	300 Вт, 10 мм/с	0,206
10	300 Вт, 20 мм/с	0,215
11	300 Вт, 30 мм/с	0,222
12	300 Вт, 40 мм/с	0,294
13	400 Вт, 10 мм/с	0,241
14	400 Вт, 20 мм/с	0,271
15	400 Вт, 30 мм/с	0,209
16	400 Вт, 40 мм/с	0,214

Из результатов испытаний мы наглядно видим увеличение износостойкости средне статистически на 46,14 %.

На основании проведенных исследований выявлено повышение износостойкости твердого сплава T15K6 после непрерывного лазерного воздействия. Повышение износостойкости происходит за счет увеличения микротвердости поверхностного слоя твердого сплава после лазерного воздействия. Тенденция упрочнения связана со структурными и фазовыми превращениями на этапе лазерного воздействия: с образованием карбида  $W_2C$ , с насыщением кобальтовой связки вольфрамом. Упрочняющим фактором является высокая скорость нагрева и охлаждения, приводящая к образованию высокодисперсионной структуры, обладающей высокой твердостью. Приведенные результаты исследований показывают, что лазерное поверхностное упрочнение является эффективным способом повышения износостойкости режущего инструмента из твердого сплава.

**П. А. Крапивина<sup>\*</sup>, М. А. Гervasъев**

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

<sup>\*</sup> e-burg96\_polina@mail.ru

## ВЛИЯНИЕ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ ВАЛКОВ СТАНОВ ХОЛОДНОЙ ПРОКАТКИ НА ИХ МИКРОСТРУКТУРУ И СВОЙСТВА

В данной статье исследовано влияние предварительной термической обработки на микроструктуру и механические свойства высоколегированной валковой стали типа 75ХМФ. На образцах с пробы послековки и на образцах после термической обработки был произведен ряд механических испытаний. Повышенные показатели ударной вязкости, относительного сужения и запаса прочности на образцах после термической обработки обусловлены получением наклепанного поверхностного слоя и мелкого зерна на глубину 3,5 мм в процессе термоциклирования.

*Ключевые слова:* высоколегированная сталь, фазовый состав, термическая обработка, прокатный валок, микроструктура.

***P. A. Krapivina, M. A. Gervasyev***

## EFFECT OF HEAT TREATMENT OF ROLLS OF COLD ROLLING MILLS ON THEIR MICROSTRUCTURE AND PROPERTIES

In this paper, the influence of preliminary heat treatment on the microstructure and mechanical properties of high-alloy roll steel of the type 1,2067 is studied. On samples from the sample after forging and on the samples after heat treatment a number of mechanical tests were carried out. The increased indexes of impact strength, relative narrowing and safety factor on the samples after heat treatment are due to the formation of a hardened surface layer and fine grains to a depth of 3,5 mm during thermal cycling.

*Keywords:* high-alloy steel, phase composition, heat treatment, rolling mill, microstructure.

Прокатные валки в процессе своей работы берут на себя значительное усилие, которое возникает непосредственно в процессе работы всей прокатной линии. Материал валков должен обладать высокой закаливаемостью и прокаливаемостью, гарантированной твёрдостью, стойкостью к износу и контактному выкрашиванию. Качество, надежность, и долговечность валков является решающими факторами,



определяющими качество продукции и производительность прокатных станов [1].

К изготовлению валков холодной прокатки предъявляется ряд требований:

- высокая и равномерная твердость поверхности, что обеспечивает высокое качество прокатываемого материала;
- соответствующая контактная прочность рабочего слоя, стойкость против образования поверхностных дефектов – трещин, отслоений, выкрошек;
- высокая прокаливаемость, необходимая для получения определенной глубины закаленного слоя;
- высокая износостойкость рабочего слоя;
- высокая теплостойкость (до 350–400 °С) при общем и локальном разогреве;
- благоприятное распределение и минимальная величина остаточных напряжений по всему сечению валка после закалки и отпуска;
- отсутствие флокенов, грубых скоплений карбидов, карбидной сетки, крупногольчатого мартенсита и других дефектов макро- и микроструктуры [2].

Для улучшения эксплуатационных характеристик (износостойкости, прочности к ударным нагрузкам) назначаются оптимальные режимы термообработки. В настоящее время термообработка валковых заготовок состоит из следующих этапов:

1. Первичная термическая обработка, включающая в себя операции противоблохенной обработки, отжига или нормализации с отпуском;
2. Вторичная термическая обработка, включающая в себя нормализацию и отпуск;
3. Окончательная термическая обработка, представляющая собой высокочастотную поверхностную закалку ТПЧ (токами промышленной частоты), обеспечивающую прокатным валкам необходимые механические свойства.

Рассмотрим режимы термической обработки валков из стали 75ХМФ (химический состав приведен в табл. 1) [3]. Для исследования в качестве образца был взят пробник от валка холодной прокатки послековки.

Таблица 1

Химический состав стали 75ХМФ

Маркировка стали	Содержание элементов, %							
	C	Si	Mn	S	P	Cr	V	Mo
75ХМФ	0,74	0,44	0,43	0,009	0,019	1,49	0,06	0,14

Предварительная термическая обработка направлена на полную ликвидацию остатков карбидной сетки, измельчению карбидной фазы и образованию структуры зернистого и сорбитообразного перлита. Противофлокенная обработка, входящая в режим первичной термообработки, позволяет уменьшить склонность металла к образованию флокенов.

Несмотря на то, что необходимые эксплуатационные свойства валков (высокая поверхностная твердость, износостойкость, контактно-усталостная прочность и долговечность) формируются в процессе окончательной термической обработки, роль предварительной термической обработки также достаточно велика.

Первая нормализация при высокой температуре способствует растворению карбидной сетки, вторая нормализация при низкой температуре устраняет перегрев и измельчает структуру. Кроме того, такой режим способствует повышению предела текучести стали, обеспечивает высокий уровень пластичности, но несколько пониженный уровень прочности и ударной вязкости. Температура отпуска назначается ниже температуры критической точки  $A_{c1}$ . При такой температуре высокого отпуска образуется структура сорбита и зернистого перлита.

Режим вторичной термообработки представляет собой операции нормализации и отпуска. Проводимая нормализация с отпуском обеспечивает высокое значение предела текучести, но понижает пластичность и вязкость. Значение твердости соответствует интервалу 285–330 НВ. Нормализация, обеспечивая дисперсную структуру, создает более благоприятные условия для фазовых превращений при последующей закалке ТПЧ, чем улучшение (закалка + отпуск).

Поверхностная закалка токами промышленной частоты обладает рядом существенных преимуществ. Так, закалка с нагревом ТПЧ по сравнению с печным нагревом обеспечивает более высокую поверхностную твердость бочки и большую глубину активного слоя, способствует значительному увеличению производительности операции закалки (в 5–10 раз), исключает операцию сборки валков и теплоизоляцию шеек, позволяет в условиях эксплуатации подвергать изношенные валки повторной закалке.

Рассмотрим более детально предварительную термическую обработку валков из стали 75ХМФ и ее влияние на структуру материала. С пробника от валка холодной прокатки послековки был вырезан темплет для макро- и микроанализа, а также заготовки для термоциклической обработки, состоящей из следующих режимов:

- нагрев до температуры 1200 °С;
- выдержка при температуре 1200 °С в течение 2 часов;
- охлаждение на воздухе до температуры 400 °С;
- нагрев до температуры 880 °С;

- охлаждение на воздухе до температуры 400 °С;
- нагрев до температуры 880 °С;
- охлаждение на воздухе до температуры 400 °С;
- нагрев до температуры 880 °С;
- охлаждение на воздухе до температуры 400 °С;
- посадка в печь при температуре 350 °С;
- выдержка при температуре 350 °С 1 час;
- охлаждение с печью.

Микроанализ проводился с помощью металлографических микроскопов. Оценка микроструктуры проводилась на образцах, протравленных 5 %-ым спиртовым раствором азотной кислоты, согласно ГОСТ 8233–56. Результаты оценки микроструктуры и балла действительного зерна представлены в табл. 2 и на рис. а, б.

Таблица 2

Результаты оценки микроструктуры

Образцы	Фазовый состав	Балл действительного зерна
На образцах с темплета	Перлит сорбитообразный бесструктурный и пластинчатый + карбиды	4–6
На заготовках после термоциклической обработки	Перлит сорбитообразный и зернистый + сорбит + карбиды	От поверхности на глубину 3,5 мм 8–9, в центре 6

На основании полученных данных можно сделать вывод, что в процессе термоциклической обработки на образцах произошел фазовый наклеп и измельчение действительного зерна. Глубина наклепанного слоя 3,5 мм.

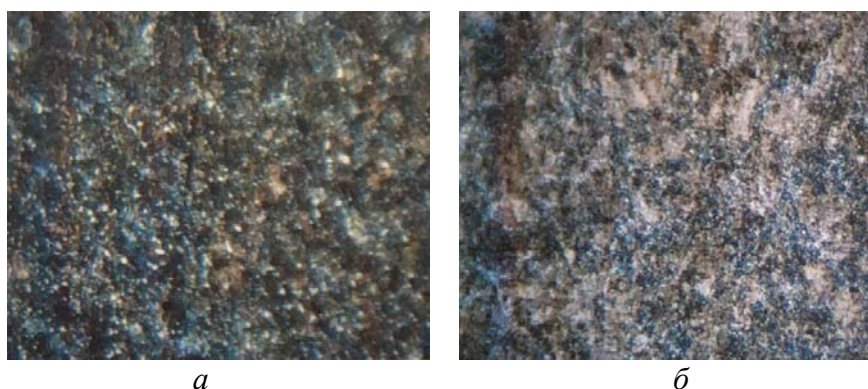


Рис. Микроструктура образца из стали 75ХМФ в исходном состоянии (*а*) и после термооциклирования (*б*) ( $\times 500$ )

На образцах с пробы послековки и на образцах после термической обработки были произведены механические испытания. Результаты механических испытаний приведены в табл. 3.

Таблица 3

Результаты механических испытаний

Образцы	Временное сопротивление $\sigma_v$ , МПа	Условный предел текучести $\sigma_{0,2}$ , МПа	Запас прочности	Относительное удлинение, %	Относительное сужение, %	Твердость, НВ	Ударная вязкость, Дж/см <sup>2</sup>
На образцах с темплета	1160	730	0,63	8	40	350	57
На образцах после т/о в лаборатории	880	650	0,74	12	60	290	107

Повышенные показатели ударной вязкости, относительного сужения и запаса прочности на образцах после термической обработки обусловлены получением наклепанного поверхностного слоя и мелкого зерна (балл 8–9) на глубину 3,5 мм в процессе термоциклирования.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Термическая обработка валков холодной прокатки / М. В. Геденон [и др.]. Москва : Металлургия, 1973. 344 с.
2. Третьяков А. В. Валки обжимных, сортовых и листовых станов / А. В. Третьяков. Москва : Интермет Инжиниринг, 1999. 80 с.
3. Сорокин В. Г. Стали и сплавы. Марочник: справ. изд. / В. Г. Сорокин, М. А. Гервасьев. Москва : Интермет Инжиниринг, 2001. 382 с.

**Н. Д. Степанов<sup>\*</sup>, Д. Г. Шайсултанов<sup>\*\*</sup>**

Белгородский государственный национальный исследовательский университет,  
г. Белгород

<sup>\*</sup> *stepanov@bsu.edu.ru*, <sup>\*\*</sup> *shaysultanov@bsu.edu.ru*

## ВЛИЯНИЕ АЛЮМИНИЯ НА СТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ВЫСОКОЭНТРОПИЙНЫХ СПЛАВОВ СИСТЕМЫ Al–Cr–Fe–Mn–Ni С ПОВЫШЕННЫМ СОДЕРЖАНИЕМ Fe И Cr

Рассмотрено влияние изменения содержания Al от 0 до 14 ат. % на структуру и механические свойства высокоэнтропийных сплавов системы Al–Cr–Fe–Mn–Ni с повышенным содержанием дешевых Fe (34–40 ат. %) и Mn (23–27 ат. %). Показано, что увеличение содержания алюминия приводит к замещению ГЦК фазы сплава без Al ОЦК фазой, содержащей частицы В2 фазы. Сплавы с содержанием Al 10–14 ат. % имеют двухфазную ОЦК/В2 структуру. Рост содержания алюминия также приводит к заметному повышению микротвердости и прочности на сжатие сплавов.

*Ключевые слова:* высокоэнтропийные сплавы, алюминий, структура, механические свойства.

***N. D. Stepanov, D. G. Shaysultanov***

## EFFECT OF AL CONTENT ON STRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF Al–Cr–Fe–Mn–Ni HIGH ENTROPY ALLOYS WITH HIGH CONTENT OF FE AND CR

The effect of addition of 0–14 at. % of Al on structure and mechanical properties of the Al–Cr–Fe–Mn–Ni high entropy alloys with high concentration of cheap Fe (34–40 at. %) and Mn (23–27 at. %) was studied. It was revealed that addition of Al results in gradual replacement of FCC phase of the Al-free alloy with BCC phase containing B2 particles. Alloys with 10–14 at. % Al had dual-phase BCC/B2 structure. Increase of Al content resulted in increase of microhardness and compressive strength of the alloys.

*Keywords:* high entropy alloys, aluminum, structure, mechanical properties.

Высокоэнтропийными сплавами обычно называют сплавы, содержащие от 5 основных компонентов в приблизительно эквиатомных концентрациях (5–35 ат.%) [1]. Концепция высокоэнтропийных сплавов открывает огромные возможности для создания новых сплавов со свойствами, превосходящими свойства «обычных» сплавов. Поэтому

высокоэнтропийные сплавы привлекают внимание исследователей всего мира. На данный момент, экспериментально была показана возможность достижения сочетания высокой прочности и пластичности, рекордной ударной вязкости и вязкости разрушения в сплавах на основе системы Co–Cr–Fe–Mn–Ni. Однако, большая часть подобных сплавов содержат большое количество дорогостоящих элементов, таких как Co и Ni. Это ограничивает возможности практического применения подобных сплавов. Свойства высокоэнтропийных сплавов, преимущественно состоящих из более дешевых элементов, практически не исследованы. Кроме того, большой интерес представляет легирование сплавов системы Co–Cr–Fe–Mn–Ni элементами, которые могут вызвать выделение упрочняющих частиц вторых фаз, например, Al, Ti и C. Поэтому в данной работе было выполнено исследование структуры и механических свойств сплавов системы Al–Cr–Fe–Mn–Ni, преимущественно состоящих из Fe и Mn, с различным содержанием Al.

Было проведено исследование сплавов, состоящих из Al (0–14 ат. %), Cr (16–20 ат. %), Fe (34–40 ат. %), Mn (23–27 ат. %), и Ni (13–16 ат. %), в которых рост содержания Al происходит за счет пропорционального снижения содержания остальных элементов. Для получения сплавов был использован метод вакуумной дуговой плавки. Структура и механические свойства сплавов изучались в литом состоянии. Структурные исследования выполнялись с использованием методов рентгеноструктурного анализа, сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии с локальным энергодисперсионным анализом. Для изучения механических свойств сплавов использовались измерения микротвердости и испытания на сжатие при комнатной температуре.

Исследования показали, что сплав без алюминия состоит из одной фазы с ГЦК решеткой. Сплав имеет крупнозернистую структуру с выраженными дендритными ликвациями. Добавка 2 и 6 ат. % Al приводит к появлению областей ОЦК фазы. Объемная доля областей ОЦК фазы 12 % и 21 % для сплавов с 2 и 6 ат. % Al. ОЦК области обогащены Cr и Fe. Исследования методом просвечивающей электронной микроскопии показали, что в ОЦК областях содержится большое количество наноразмерных частиц. Анализ электронограмм показал, что эти частицы имеют упорядоченную B2 структуру. В сплаве с 10 ат. % Al на изображениях, полученных методом сканирующей электронной микроскопии с низким увеличением, наблюдается однофазная структура. Однако, изображения с более высоким разрешением указывают на наличие множества кубических частиц в матрице. Было установлено, что матрица имеет разупорядоченную структуру, а частицы – упорядоченную B2. Частицы B2 фазы преимущественно состоят из Ni и Al. Сплав с 14 ат. % Al обладает похожей на сплав с 10 % Al двухфазной ОЦК/B2 микроструктурой. Однако, частицы B2 фазы в сплаве с большим

содержанием алюминия несколько крупнее и имеют близкую к округлой форму. Было проведено сопоставление полученных экспериментальных данных по фазовому составу сплавов с расчетными равновесными фазовыми диаграммами (программный продукт Thermo-Calc-2017a, база данных TCNEA2). Было выявлено удовлетворительное соответствие экспериментальных и расчётных результатов.

Механические также сильно зависят от содержания алюминия. Так, микротвердость сплавов возрастает от 130 HV до 420 HV с увеличением содержания Al от 0 до 10 ат. %. С дальнейшим ростом содержанием алюминия, твердость не меняется. Предел текучести, определенный при испытаниях на сжатие, показывает аналогичную зависимость: он возрастает с 240 до 990 МПа при увеличении содержания Al с 0 до 10 ат. % и не меняется с дальнейшим ростом содержания алюминия. При этом, вне зависимости от содержания алюминия, все сплавы показывают хорошую пластичность при испытаниях на сжатие, не разрушаясь после 50 % высотной деформации. При этом стоит отметить высокие прочностные свойства, показанные сплавом с 10 ат. % Al при температурах до 500 °C [2]. Это обуславливает перспективность использования подобных сплавов при повышенных температурах.

#### *БЛАГОДАРНОСТИ*

*Работа выполнена при поддержке РФФИ (проект №16-38-60061).*

#### *ЛИТЕРАТУРА*

1. Miracle D. B. A critical review of high entropy alloys and related concepts / D. B. Miracle, O. N. Senkov // Acta Mater. 2017. Vol. 122. P. 448–511.
2. Novel Fe<sub>36</sub>Mn<sub>21</sub>Cr<sub>18</sub>Ni<sub>15</sub>Al<sub>10</sub> high entropy alloy with bcc/B2 dual-phase structure / D. G. Shaysultanov [et al.] // J. Alloys Compd. 2017. Vol. 705. P. 756–763.

УДК 669.017.1

***И. В. Соловьев<sup>\*</sup>, О. Ю. Корниенко, А. Ю. Жиликов, А. М. Белорусец***

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

<sup>\*</sup> *igor.solovyev@urfu.ru*

Научный руководитель – доц., канд. техн. наук *С. В. Беликов*

## ИССЛЕДОВАНИЕ КИНЕТИКИ РАСПАДА ПЕРЕОХЛАЖДЕННОГО АУСТЕНИТА СТАЛИ 15Х2НМФА ПРИ НЕПРЕРЫВНОМ ОХЛАЖДЕНИИ

В работе изучена кинетика фазовых превращений стали 15Х2НМФА при непрерывном охлаждении. Построена термокинетическая диаграмма распада переохлажденного аустенита стали 15Х2НМФА. Установлено, что исследуемый материал обладает высокой устойчивостью к распаду по диффузионному механизму. Обнаружено, что охлаждение со скоростями 100–0,002 °С/с приводит к повышению температур  $M_n$  и  $M_k$ .

*Ключевые слова:* сталь, аустенит, непрерывное охлаждение, мартенсит, бейнит.

***I. V. Solovyev, O. Y. Kornienko, A. Yu. Zhilyakov, A. M. Belorusetz***

## THE KINETICS OF DECOMPOSITION OF SUPERCOOLED AUSTENITE OF STEEL 15Cr2NiMoV UNDER CONTINUOUS COOLING

The kinetics of phase transformations is considered. It is established that the steel 15CrNiMoV has a high resistance to decay by the perlite mechanism. TTS diagram is diagram is constructed.

*Keywords:* steel, austenite, continuous cooling, martensite, bainite.

Известно, что наиболее высоким комплексом механических свойств при длительной эксплуатации обладают стали с бейнитной и гетерогенной бейнитно-мартенситной структурой. Поэтому при изготовлении крупногабаритных изделий применяют стали с высокой устойчивостью переохлажденного аустенита, чтобы исключить формирование в структуре продуктов распада по диффузионному механизму.

Исследования кинетики распада переохлажденного аустенита при непрерывном охлаждении проводили с помощью дилатометра «L75VD1600C (Linseis)». Образцы для дилатометрических исследований диаметром 6,0 мм и длиной 20,0 мм нагревали до температуры 900 °С выдерживали в течение 15 минут и охлаждали со скоростью 0,0002...100 °С/с. Твердость определяли методом Роквелла согласно ГОСТ



9013–59. Результаты исследования представлены в виде термокинетической диаграммы, представленной на рис. 1.

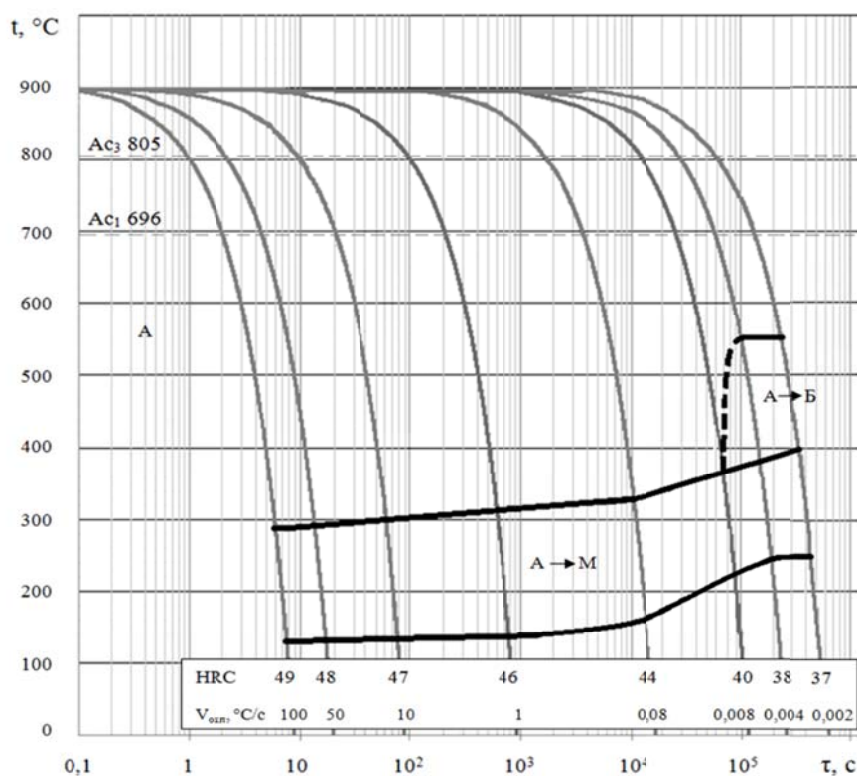


Рис. 1. Термокинетическая диаграмма распада переохлажденного аустенита стали 15Х2НМФА

По результатам дилатометрических исследований при нагреве рассчитаны критические температуры стали 15Х2НМФА:  $A_{c1} = 696$  °C,  $A_{c3} = 805$  °C.

Легирующие элементы, замедляя диффузионные процессы в материале, повышают устойчивость переохлажденного аустенита во всем исследуемом интервале скоростей охлаждения. Инкубационный период перлитного превращения настолько велик, что скорость охлаждения 0,002 °C/c не позволила его зафиксировать.

В интервале скоростей охлаждения 100...0,008 °C/c превращение происходит только по мартенситному механизму. В структуре стали – мартенсит, твердость которого 44–49 HRC. Необходимо отметить, что уменьшение скорости охлаждения от 100 °C/c до 0,008 °C/c приводит к повышению температур мартенситного превращения:  $M_n$  от 295 до 330 °C ( $M_k$  от 130 до 170 °C). Твердость материала снижается от 49 до 40 HRC.

При охлаждении со скоростями 0,004...0,002 °C/c распад аустенита происходит по диффузионно-сдвиговому и сдвиговому механизмам. Бейнитное превращение начинается при температуре 565 °C и заканчивается при 370 °C. При уменьшении скорости охлаждения от

0,004 до 0,002 °C/с температура  $M_n$  увеличивается 395 до 400 °C. Твердость стали составляет 38–0 HRC.

Следует отметить, что повышение температур  $M_n$  и  $M_k$  при уменьшении скорости охлаждения материала связано со снижением концентрации углерода в аустените. Пребывание стали 15X2НМФА достаточно продолжительное время в области высоких температур, приводит, вероятно, к выделению карбидов молибдена и логичному обеднению аустенита по углероду.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации рамках реализации федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014–2020 годы» (шифр заявки «2015–14–579–0173–366»). Соглашение о предоставлении субсидии №14.578.21.0114 от 27 октября 2015г. Уникальный идентификатор ПНИЭР – RFMEFI57815X0114.*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Гольдштейн М. И. Специальные стали: учебник / М. И. Гольдштейн, С. В. Грачев, Ю. Г. Векслер. Москва : МИСИС, 1999. 408 с.
2. Попов А. А. Фазовые превращения в металлических сплавах / А. А. Попов. Москва : Metallurgizdat, 1963. 312 с.
3. Гольдштейн М. И. Дисперсионное упрочнение стали / М. И. Гольдштейн, В. М. Фарбер. Москва : Metallurgiya, 1979, 208 с.

***А. С. Ушакова, Н. А. Худякова, Н. А. Баранникова, Ф. В. Водолазский, А. Г. Илларионов\****

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

\* *illarionovag@mail.ru*

## СТРУКТУРА, ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И СВОЙСТВА $\alpha$ -СПЛАВА ТИТАНА ПОСЛЕ ЗАКАЛКИ

Исследованы микроструктура, фазовый состав, твердость и модуль упругости в горячедеформированном сплаве ПТ-7М при закалке с температур нагрева вблизи  $T_{пп}$ .

*Ключевые слова:* титановый сплав ПТ7-М, горячая деформация, микроструктура, фазовый состав, микротвердость, модуль упругости.

***A. S. Ushakova, N. A. Khudyakova, N. A. Barannikova, F. V. Vodolazsky, A. G. Illarionov***

## STRUCTURE, PHASE COMPOSITION AND PROPERTIES $\alpha$ -TITANIUM ALLOY AFTER QUENCHING

The study of the microstructure, phase composition, hardness and modulus of elasticity in the hot-deformed PT-7M alloy during quenching with heating temperatures near polymorphic transformation temperature.

*Keywords:* titanium alloy PT7-M, hot deformation, microstructure, phase composition, microhardness, modulus of elasticity.

Сплав ПТ-7М относится к  $\alpha$ -сплавам титана, обладает высокой коррозионной стойкостью в морской, пресной воде и широко используется для производства труб, работающих при комнатной и повышенных температурах [1]. При нагреве деформированных полуфабрикатов вблизи температуры полиморфного ( $\alpha+\beta$ ) $\rightarrow\beta$ -превращения ( $T_{пп}$ ) сплава возможно протекание фазовых и структурных превращений, которые существенным образом влияют на формирование физико-механических свойств сплава.

В связи с этим целью данной работы является анализ изменения фазового состава, структуры и свойств при закалке сплава ПТ-7М с температур вблизи  $T_{пп}$ .

В качестве материала для исследования использовали промышленный горячедеформированный полуфабрикат из сплава ПТ-7М (Ti–2,2Al–2,7Zr (масс. %)). Исследование микроструктуры проводилось на

микроскопе «OLYMPUS GX51». Рентгеноструктурный фазовый анализ осуществляли на дифрактометре «Bruker D8 Advance» в медном  $K_{\alpha}$ -излучении с помощью позиционно-чувствительного детектора LynxEye. Микротвердость по Виккерсу и контактный модуль упругости определяли микроиндентированием на приборе CSM Instruments при нагрузке 9 Н.

В результате микроструктурного анализа сплава ПТ-7М выявлено, что в исследованном температурном интервале закалок 910...960 °С  $\alpha$ -фаза фиксируется до температуры закалки 940 °С (рис. 1, б). При закалке с 910 °С (рис. 1, а) в структуре фиксируется появление  $\beta$ -фазы в виде светлой зернограницной оторочки, что свидетельствует о нагреве в двухфазную ( $\alpha+\beta$ )-область. Так как при 910 °С количество  $\beta$  – фазы не превышает 1–3 %, то температура  $\alpha \rightarrow (\alpha+\beta)$ -превращения лежит чуть ниже данной температуры закалки. При более высоких температурах нагрева находят развитие процессы растворения  $\alpha$ -фазы вплоть до полного ее исчезновения (выше  $T_{\text{пп}}$ ), роста  $\beta$ -зерна (выше 940 °С) и увеличения в структуре объемной доли  $\beta$ -фазы, испытывающей при закалке мартенситное  $\beta \rightarrow \alpha'$ -превращение в диапазоне температур закалки 950...960 °С в структуре выявлен лишь пластинчатый  $\alpha'$ -мартенсит в исходном  $\beta$ -зерне (рис. 1, в). Исходя из этого  $T_{\text{пп}}$  находится в диапазоне 940...950 °С и по методике, описанной в работе [2] за  $T_{\text{пп}}$  принимаем среднюю температуру в этом интервале – 945 °С.

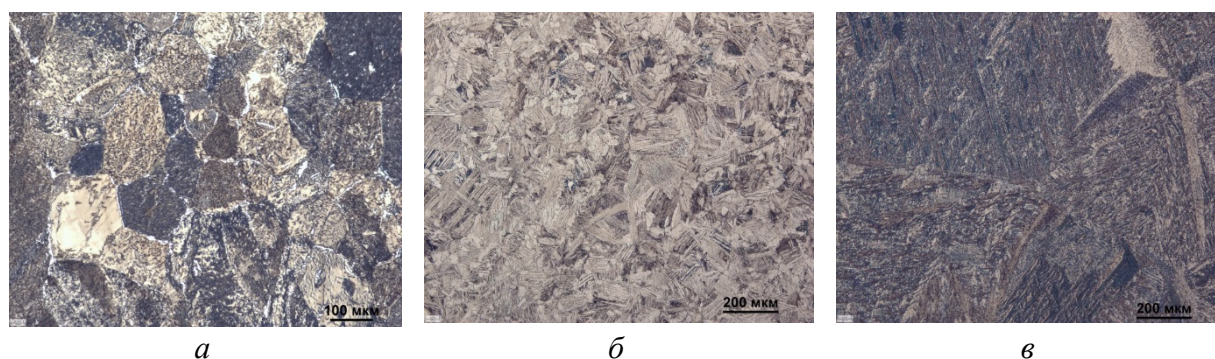


Рис. 1. Структура сплава ПТ-7М, закаленного с температур:  
а – 910 °С; б – 940 °С; в – 960 °С

Анализируя дифрактограммы образцов после закалки с различных температур из сплава ПТ-7М (рис. 2) можно отметить, что на них присутствуют линии фазы с ГПУ-решеткой, которую в равной степени можно отнести как к  $\alpha$ -, так и к  $\alpha'$ -мартенситу. При сопоставлении этих дифрактограмм выявлено, что с увеличением в структуре  $\alpha'$ -мартенсита изменяется соотношение интенсивности линий фаз, связанное с отличием кристаллографической ориентации  $\alpha'$ -мартенсита по отношению к  $\alpha$ -фазе (рис. 2).

Полученные значения параметра «с/а»  $\alpha(\alpha')$ -фаз составляют около 1,591, и это выше, чем у чистого титана (1,587), что характерно для сплавов, легированных алюминием [2]. Отсутствие активного изменения параметра «с/а» с температурой закалки, очевидно связано с тем, что в сплав не легирован  $\beta$ -стабилизаторами, которые как известно [3] могут существенно влиять на этот параметр, присутствуя в фазах ( $\alpha$  ( $\alpha'$ )).

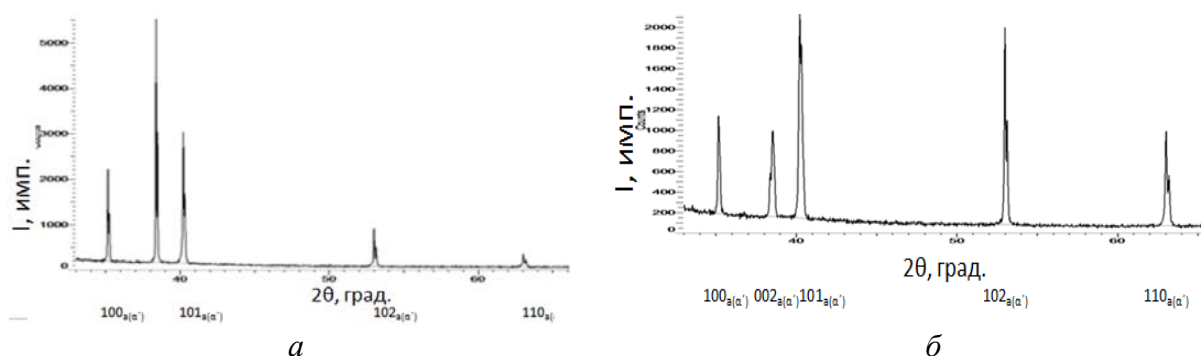


Рис. 2. Дифрактограммы образцов из сплава ПТ-7М после закалки с температур:  $a - 940\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;  $b - 960\text{ }^{\circ}\text{C}$

Для оценки изменения объемной доли  $\alpha'$ -мартенсита в структуре с увеличением температуры закалки был проведен анализ уширения линий на дифрактограммах, которое обычно увеличивается в присутствии  $\alpha'$ -мартенсита. С этой целью было измерено уширение линии 110 (рис. 3), так как она встречается на всех дифрактограммах в исследованном диапазоне температур, при сопоставимых интенсивностях.

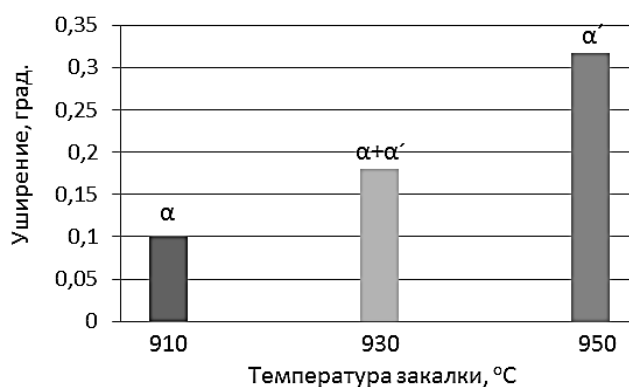


Рис. 3. Изменение уширения линии 110  $\alpha$  ( $\alpha'$ ) от температуры закалки

Из рис. 3 видно, что с повышением температуры закалки с 910 до 950  $^{\circ}\text{C}$  наблюдается рост уширения линии 110, что связано с увеличением в структуре объемной доли  $\alpha'$ -фазы вплоть до  $T_{\text{пп}}$  и согласуется с данными микроструктурных исследований (рис. 1).

Анализ изменения твердости с температурой закалки (рис. 4) в сопоставлении с структурой показал, что после закалки с 910 и 920  $^{\circ}\text{C}$

твёрдость в основном определяется твёрдостью преобладающей в структуре  $\alpha$ -фазы, а снижение твёрдости после выдержки при 920 °С связано с более активным разупрочнением деформированного металла при повышении температуры нагрева.

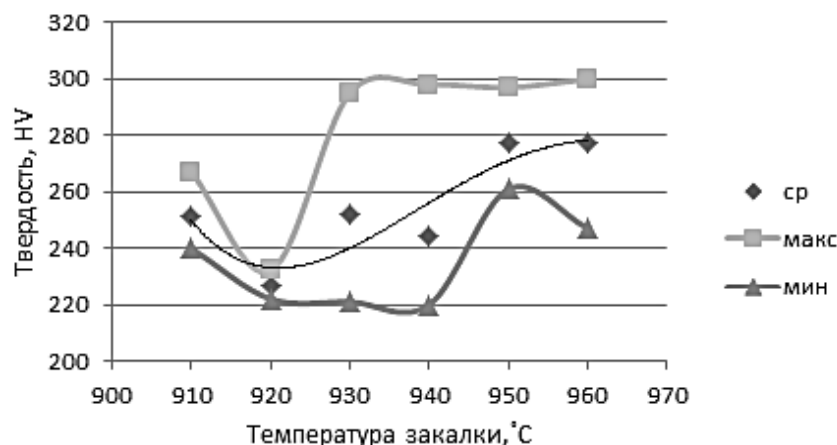


Рис. 4. Зависимость изменения микротвёрдости сплава ПТ-7М от температуры закалки

Начиная с температуры 930 °С вплоть до 950 °С, средние значения твёрдости имеют тенденцию к повышению за счет увеличения в структуре (рис. 1) объемной доли  $\alpha'$ -мартенсита более твердого, чем  $\alpha$ -фаза. При этом максимальные значения микротвёрдости, характерные для  $\alpha'$ -мартенсита во всем диапазоне температур измерения, имеют близкие значения на уровне около 300 НВ. Что касается микротвёрдости  $\alpha$ -фазы, то ее минимальные значения фиксируются на уровне около 220 НВ в диапазоне температур 920...940 °С. В диапазоне температур закалки выше  $T_{\text{пп}}$  (950...960 °С) средние значения твёрдости выходят на постоянный уровень, а минимальные значения несколько ниже при закалке с 960 °С из-за укрупнения структуры фиксируемого  $\alpha'$ -мартенсита (рис. 1).

На рис. 5 приведены данные по изменению среднего значения модуля упругости закаленных образцов.

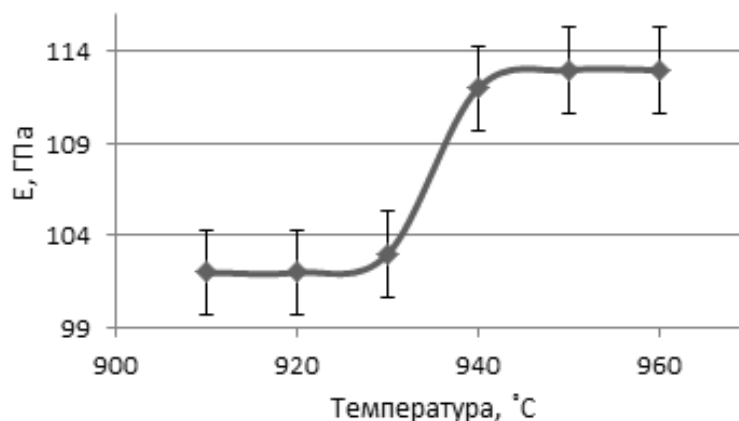


Рис. 5. Зависимость изменения среднего модуля упругости от температуры закалки

При температурах закалки 910, 920 °С модуль упругости примерно постоянный, что связано с преобладанием в структуре  $\alpha$ -фазы близкой кристаллографической ориентации. В интервале температур 930...950 °С происходит повышение характеристик модуля упругости за счет увеличения в структуре объемной доли  $\alpha'$ -мартенсита, имеющего ту же что и  $\alpha$ -фаза ГПУ-решетку [4], но другую кристаллографическую ориентацию (рис. 2). При получении в структуре 100 %  $\alpha'$ -мартенсита при закалке с 950 °С и выше модуль упругости выходит на постоянный уровень.

Таким образом, анализ изменения микротвердости и модуля упругости в закаленных образцах из сплава ПТ-7М показывает хорошую корреляцию с изменением фазового состава и преимущественной кристаллографической ориентацией фаз.

На основании проделанной работы сделаны следующие выводы:

1. При структурном анализе исходного деформированного полуфабриката установлено, что  $\alpha \rightarrow (\alpha + \beta)$ -превращение реализуется при температуре нагрева 910 °С за счет образования  $\beta$ -фазы в виде оторочки, окаймляющей  $\alpha$ -зерна, а при более высоких температурах нагрева находят развитие процессы растворения  $\alpha$ -фазы вплоть до полного ее исчезновения (выше  $T_{\text{пл}}$ ), роста  $\beta$ -зерна (выше 940 °С) и увеличения в структуре объемной доли  $\beta$ -фазы, испытывающей при закалке  $\beta \rightarrow \alpha'$ -превращение.

2. Рентгенографически качественное изменение при закалке доли в структуре  $\alpha'$ -мартенсита оценено по уширению и соотношению интенсивностей  $\alpha(\alpha')$ -линий.

3. Для образцов из сплава ПТ-7М, закаленных с температур в интервале 910...960 °С, показана хорошая корреляция между уровнем микротвердости, модуля упругости и изменением структуры, а также объемной доли в совокупности с преимущественной кристаллографической ориентацией фиксируемых при закалке фаз ( $\alpha$ ,  $\alpha'$ ).

*Авторы выражают признательность ОАО «РосНИТИ» за предоставление материала для исследований.*

## ЛИТЕРАТУРА

1. Ильин А. А. Титановые сплавы. Состав, структура, свойства. Справочник / А. А. Ильин, Б. А. Колачев, И. С. Полькин. Москва : ВИЛС-МАТИ, 2009. 520 с.
2. Полуфабрикаты из титановых сплавов / В. К. Александров [и др.]. Москва : Металлургия, 1979. 512 с.
3. Цвиккер У. Титан и его сплавы / У. Цвиккер. Москва : Металлургия, 1979. 512 с.
4. Колачев Б. А. Металловедение и термическая обработка цветных металлов и сплавов / Б. А. Колачев, В. И. Елагин, В. А. Ливанов. Москва : МИСИС, 1999. 416 с.

**Н. А. Худякова, А. С. Ушакова, Н. А. Баранникова, Ф. В. Водолазский, А. Г. Илларионов\***

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина, г. Екатеринбург

\* [illarionovag@mail.ru](mailto:illarionovag@mail.ru)

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ПОЛИМОРФНОГО ( $\alpha+\beta$ ) $\rightarrow\beta$ -ПРЕВРАЩЕНИЯ В $\alpha$ -СПЛАВЕ ТИТАНА РАСЧЕТНЫМИ МЕТОДАМИ

Проведена оценка возможности определения  $T_{\text{пп}}$  в  $\alpha$ -сплаве титана ПТ-7М расчетными методами, включая программный продукт ThermoCalc, с точностью, сопоставимой с методом пробных закалок.

*Ключевые слова:* титановый сплав ПТ-7М, температура полиморфного превращения, метод пробных закалок, ThermoCalc.

**N. A. Khudyakova, A. S. Ushakova, N. A. Barannikova, F. V. Vodolazsky, A. G. Illarionov**

## DETERMINATION OF TEMPERATURE OF POLYMORPHOUS ( $\alpha+\beta$ ) $\rightarrow\beta$ -TRANSFORMATION OF $\alpha$ -TITAN ALLOY BY CALCULATED METHODS

The possibility of determining the  $\beta$ -transus in the  $\alpha$ - titanium alloy PT-7M by calculation methods, including the software product ThermoCalc with an accuracy comparable to the test hardening method, was estimated.

*Keywords:* PT-7M titanium alloy, temperature of poly-morphological transformation, test hardening method, ThermoCalc.

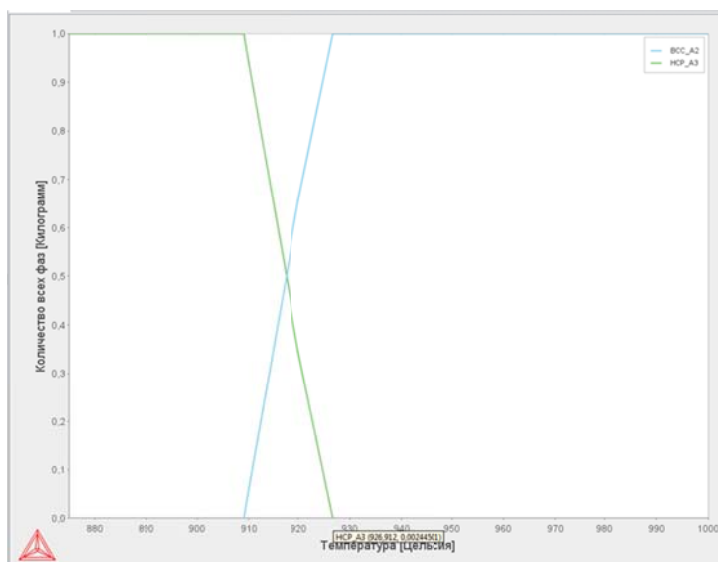
ПТ-7М – это малолегированный, высокопластичный  $\alpha$ -титановый деформируемый сплав системы Ti–Al–Zr [1]. Из сплава ПТ-7М в основном производится трубная продукция в форме горячепрессованных, горячекатаных и холоднодеформированных труб. Температурные параметры проведения горячей деформации при получении труб связаны с конкретной температурой полиморфного ( $\alpha+\beta$ ) $\rightarrow\beta$ -превращения ( $T_{\text{пп}}$ ) сплава, которая в производственных условиях определяется достаточно трудоемким методом пробных закалок [2], но может так же быть рассчитана [3–6], но не всегда с необходимой точностью.

Целью данной работы является оценка возможности определения  $T_{\text{пп}}$  сплава расчетными методами, включая программный продукт ThermoCalc с точностью, сопоставимой с методом пробных закалок.

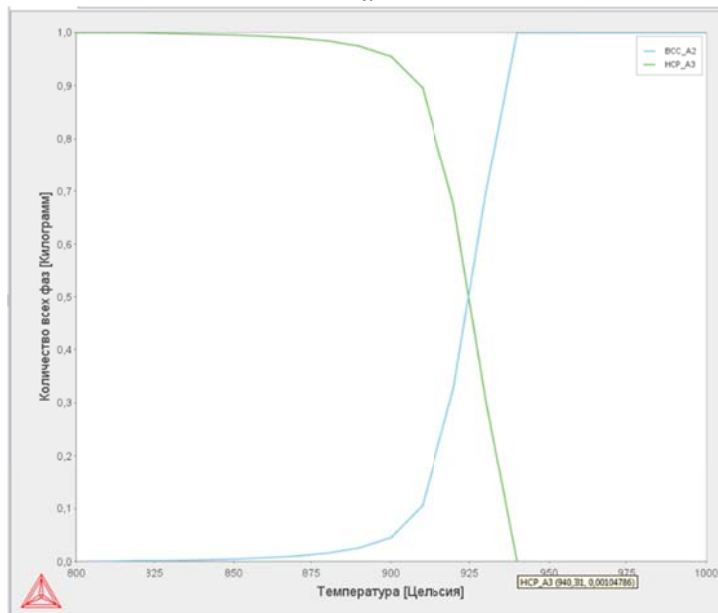


Материалом для исследования служила горячедеформированная заготовка из сплава ПТ-7М (Ti–2,2Al–2,7Zr (масс. %)), полученная промышленным способом, у которой  $T_{\text{пп}}$ , определенная методом пробных закалок составила 945 °С.

На рис. *а* приведена зависимость изменения количества фаз в сплаве ПТ-7М (с учетом содержания только легирующих элементов – алюминия и циркония) от температуры, полученная в программе ThermoCalc.



*а*



*б*

Рис. Изменение объемной доли фаз в сплаве ПТ-7М от температуры нагрева по данным программы ThermoCalc: *а* – учтены только легирующие элементы;  
*б* – учтены легирующие элементы и примеси

Из рис. *а* видно, что образование  $\beta$ -фазы по данным расчета начинается при температуре 909 °С и по мере увеличения температуры

количество  $\alpha$ -фазы уменьшается пропорционально увеличению количества  $\beta$ -фазы. Переход в  $\beta$ -область в соответствии с расчетом происходит при температуре 927 °С, которая характеризует в данном случае значение  $T_{\text{пп}}$  сплава. Полученное значение  $T_{\text{пп}}$  является существенно заниженным, по сравнению, полученным методом пробных закалок (945 °С). По-видимому, для получения более точных результатов необходим расчет по полному химическому составу сплава (см. ниже).

На рис. б приведена зависимость изменения количества фаз от температуры уже с учетом полного химического состава анализируемого сплава ПТ-7М как по легирующим элементам, так и примесям. Анализ полученной на рис. б зависимости показал, что развитие  $\alpha \rightarrow (\alpha + \beta)$ -превращения по этим расчетам начинается при температуре 840 °С, то есть раньше, чем в первом случае, а завершается  $(\alpha + \beta) \rightarrow \beta$ -превращением при более высокой температуре около 940 °С, которую можно принять за расчетную  $T_{\text{пп}}$  в данном случае. Исходя из этого следует, что для получения расчетных значений  $T_{\text{пп}}$  в сплаве ПТ-7М с использованием программы ThermoCalc сопоставимых с экспериментальными данными, полученными методом пробных закалок необходимо при расчете указывать состав сплава с учетом содержания как легирующих элементов, так и примесей.

Результаты определения значения  $T_{\text{пп}}$  сплава по имеющимся в литературе [3, 4, 5, 6] расчетным формулам, исходя из химического состава представлены ниже:

$$A_{\text{сз}} = T_{\text{пп}} = 890 + 22 \cdot C_{\text{Al}} + 0 \cdot C_{\text{Zr}} - 17 \cdot C_{\text{Fe}} = \\ = 890 + 22 \cdot 2,2 + 0 \cdot 2,7 - 17 \cdot 0,04 = 938 \text{ } ^\circ\text{C}. [3]$$

$$T_{\text{пп}} = 885 + 14 \cdot (0 - 2 \%) C_{\text{Al}} + 23 \cdot (C_{\text{Al}} - 2 \%) + 0 \cdot C_{\text{Zr}} - 16,5 \cdot C_{\text{Fe}} + \\ + 200 \cdot C_{\text{O}} - 550 \cdot C_{\text{H}} + 550 \cdot C_{\text{N}} + 0,15 \cdot C_{\text{C}} = 885 + 14 \cdot 2,2 + 23 \cdot (2,2 - 2) + 0 \cdot 2,7 - \\ - 16,5 \cdot 0,04 + 200 \cdot 0,08 - 550 \cdot 0,001 + 550 \cdot 0,01 + 0,15 \cdot 0,02 = 939 \text{ } ^\circ\text{C}. [4]$$

$$T_{\text{пп}} = 882 + 21,1 C_{\text{Al}} - 6,9 \cdot C_{\text{Zr}} + 23,3 \cdot C_{\text{Si}} - 15,4 \cdot C_{\text{Fe}} + 123 \cdot C_{\text{O}} = \\ = 882 + 21,1 \cdot 2,2 - 6,9 \cdot 2,7 + 23,3 \cdot 0,03 - 15,4 \cdot 0,04 + 123 \cdot 0,08 = 920 \text{ } ^\circ\text{C}. [5]$$

$$T_{\text{пп}} = 872 + 23,4 \cdot C_{\text{Al}} - 4,3 \cdot C_{\text{Zr}} + 32,1 \cdot C_{\text{Si}} - 8,4 \cdot C_{\text{Fe}} = \\ = 872 + 23,4 \cdot 2,2 - 4,3 \cdot 2,7 + 32,1 \cdot 0,03 - 8,4 \cdot 0,04 = 912,5 \text{ } ^\circ\text{C}. [6]$$

Наиболее близким по значению с  $T_{\text{пп}}$ , полученной методом пробных закалок (945 °С), являются результаты, полученные по расчетным формулам, предложенным в работах [3, 4], так как эти формулы с одной стороны были специально адаптированы к  $\alpha$ -титановым сплавам [3], а с другой максимально учитывают химический состав сплава [4], за исключением циркония, для которого условно коэффициент, характеризующий изменение температуры  $(\alpha + \beta) \rightarrow \beta$ -перехода при введении в сплав 1 % (масс.) циркония, был принят равным нулю, так как этот элемент является нейтральным упрочнителем [1] и не оказывает существенного влияния на  $T_{\text{пп}}$  сплава.

Формулы, представленные в работах [5, 6] были предложены для сплавов других классов и они не дают при расчете применительно к сплаву ПТ-7М значений  $T_{\text{пп}}$ , сопоставимых с методом пробных закалок.

Таким образом в ходе проделанной работы произведен расчет  $T_{\text{пп}}$  сплава ПТ-7М различными методами. Показано, что близкое к МПЗ значение  $T_{\text{пп}}$  фиксируется при использовании для расчета полного химического состава сплава в программном комплексе ThermoCalc. Расчет  $T_{\text{пп}}$  по эмпирическим формулам из литературы дал заниженные значения по сравнению с методом пробных закалок и наиболее близкие расчетные  $T_{\text{пп}}$  были получены по формулам, приведенным в работах [3, 4].

*Авторы выражают признательность ОАО «РосНИТИ» за предоставление материала для исследований.*

#### ЛИТЕРАТУРА:

1. Ильин А. А. Титановые сплавы. Состав, структура, свойства: справочник / А. А. Ильин, Б. А. Колачев, И. С. Полькин. Москва : ВИС-МАТИ, 2009. 520 с.
2. Полуфабрикаты из титановых сплавов / В. К. Александров [и др.] Москва : Металлургия, 1979. 512 с.
3. Колачев Б. А. О связи температуры  $\alpha+\beta \rightarrow \beta$ -перехода промышленных титановых сплавов с их химическим составом / Б. А. Колачев, Ю. Б. Егорова, С. Б. Белова // МиТОМ. 2008. № 8. С. 10–14.
4. Effects of Deformation Rate on Microstructure and Tensile Properties of Cold Rolled Ti–3Al–2,5V Alloy Tube / Qiang Liao [et al.] // Ti-2011. Proceedings of the 12<sup>th</sup> World Conference on Titanium. China National Convention Center (CNCC), Beijing, 2011. Vol. 1. P. 278–281.
5. Guo Z. Modelling beta transus temperature of titanium alloys using artificial neural network / Z. Guo, S. Malinov, W. Sha // Computational Materials Science. 2005. Vol. 32. P. 1–12.
6. Yoltan C. F. Alloying Element Effects in Metastable Beta Titanium Alloys / C. F. Yoltan, F. H. Froes, R. F. Malone // Metallurgical Transactions A. 1979. Vol. 10A, № 1. P. 132–134.

**М. А. Шабанов, Ф. В. Водолазский\***

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

\**f.v.vodolazskiy@urfu.ru*

## ИЗУЧЕНИЕ ВЛИЯНИЯ РЕЖИМОВ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ НА СТРУКТУРУ, ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И ТВЕРДОСТЬ СПЛАВА Ti–21Al–23Nb–1V

В работе проведено исследование интерметаллидного сплава Ti–21Al–23Nb–1V (ат. %) после контролируемого режима охлаждения: нагрев 1060 °С, выдержка 20 минут, охлаждение с печью до 900 °С, выдержка 2 часа, охлаждение с печью до комнатных температур. Установлено, что наличие ступени при температуре 900 °С с выдержкой в течение 2 часов и дальнейшем охлаждении с печью до комнатной температуры позволило получить стабильное структурное и фазовое состояние. Данный режим обработки подходит для обработки крупногабаритных полуфабрикатов.

*Ключевые слова:* интерметаллид  $Ti_2AlNb$ , контролируемое охлаждение, структура, фазовый состав, твердость.

***M. A. Shabanov, F. V. Vodolazsky***

## INFLUENCE OF HEAT TREATMENT REGIME ON STRUCTURE, PHASE COMPOSITION AND HARDNESS OF ALLOY Ti–21Al–23Nb–1V

The intermetallic alloy Ti–21Al–23Nb–1V (at. %) after controlled cooling conditions was investigated: heating 1060 C, holding 20 minutes, cooling with furnace to 900 C, holding 2 hours, cooling with furnace to room temperature. It was found the stage at a temperature of 900 °C (holding for 2 hours) and further cooling with the furnace to room temperature resulted to stable structural and phase state. This regime is suitable for processing large-sized semi-finished products.

*Keywords:* intermetallic  $Ti_2AlNb$ , control cooling, structure, phase composition, hardness.

Сплавы на основе интерметаллидов системы Ti–Al–Nb являются перспективными жаропрочными материалами с низкой удельной плотностью [1–2]. При производстве полуфабрикатов из сплавов на основе

интерметаллида  $Ti_2AlNb$  наблюдается ряд проблем, связанных с их низкой технологичностью. При охлаждении слитков или крупногабаритных поковок на воздухе может произойти их раскалывание из-за термических напряжений, или слиток становится очень хрупким и может расколоться даже при транспортировке. Такой эффект происходит из-за крайне неблагоприятной морфологии выделяющихся фаз. Одним из вариантов решения этой проблемы является получение в структуре достаточного количества пластичной  $\beta$ -фазы, без значительных дисперсных выделений. Это достигается за счет выбора режима охлаждения, при котором распад  $\beta$ -фазы происходит в верхнем интервале температур и возможный распад при низких температурах не окажет существенного влияния на свойства полуфабриката. Поэтому целью данной работы была разработка режимов охлаждения крупногабаритных полуфабрикатов из сплава на основе О-фазы, позволяющих получить стабильное структурное и фазовое состояние полуфабриката.

Материалом исследования в данной работе служил сплав  $Ti-21Al-25Nb-1V$  (ат. %). Нагрев образцов производился в лабораторной электрической печи SNOL-20 по следующему режиму: нагрев на температуру 1060 °С, выдержка 20 минут, охлаждение с печью до 900 °С (1 образец), дальнейшей выдержке при этой температуре в течение 2 часов (2 образец), затем охлаждение с печью до 800 (3 образец), 700 (4 образец), 600 (5 образец), 200 °С (6 образец). Для фиксации высокотемпературного состояния производилась закалка в воду.

Исследование микроструктуры проводилось на микроскопе «Olympus GX-51». Рентгеноструктурный фазовый анализ был проведен на установке «Bruker D8 Advance» в медном  $K_\alpha$ -излучении с помощью позиционно-чувствительного детектора LynxEye.

Анализ данных показал, что при отжиге на температуру 1060 °С и охлаждении до 900 °С (образец 1) присутствует  $\beta$ -фаза и небольшое количество  $\alpha_2$ -фазы преимущественно в виде зернограницных выделений, рис 1, а, что является типичным для подобного рода сплавов [3]. В верхнем интервале температур на ступени в 900 °С и выдержке при этой температуре в течение 2 часов протекает распад  $\beta$ -фазы с образованием пластинчатой О-фазы по всему объему  $\beta$ -зерна (образец 2), рис. 1, б. При дальнейшем охлаждении в интервале температур 900...600 °С (образцы 3–6) распад протекает в прослойках  $\beta$ -фазы с образованием дисперсных выделений О-фазы, рис. 1, в–г. Отметим, что по данным РСФА значительное количество  $\beta$ -фазы сохраняется вплоть до последних этапов обработки.

Период решетки  $\beta$ -фазы повышается в ходе контролируемого охлаждения, что свидетельствует о все более полном протекании процессов распада  $\beta$ -фазы (рис. 2). Повышение периода в ходе охлаждения происходит за счет повышения удельного содержания ниобия в  $\beta$ -фазе,

который имеет больший размер атома, чем титан и алюминий. Стабилизация периода решетки в 5 и 6 образцах говорит о том, что к 600 °С все процессы распада завершены.

По данным дюрOMETрического анализа видно, что твердость падает в ходе охлаждения. Это объясняется тем, что твердость в основном зависит от твердости матричной  $\beta$ -фазы, которая в ходе охлаждения становится мягче за счет удельного обеднения по алюминию и обогащения по ниобию.

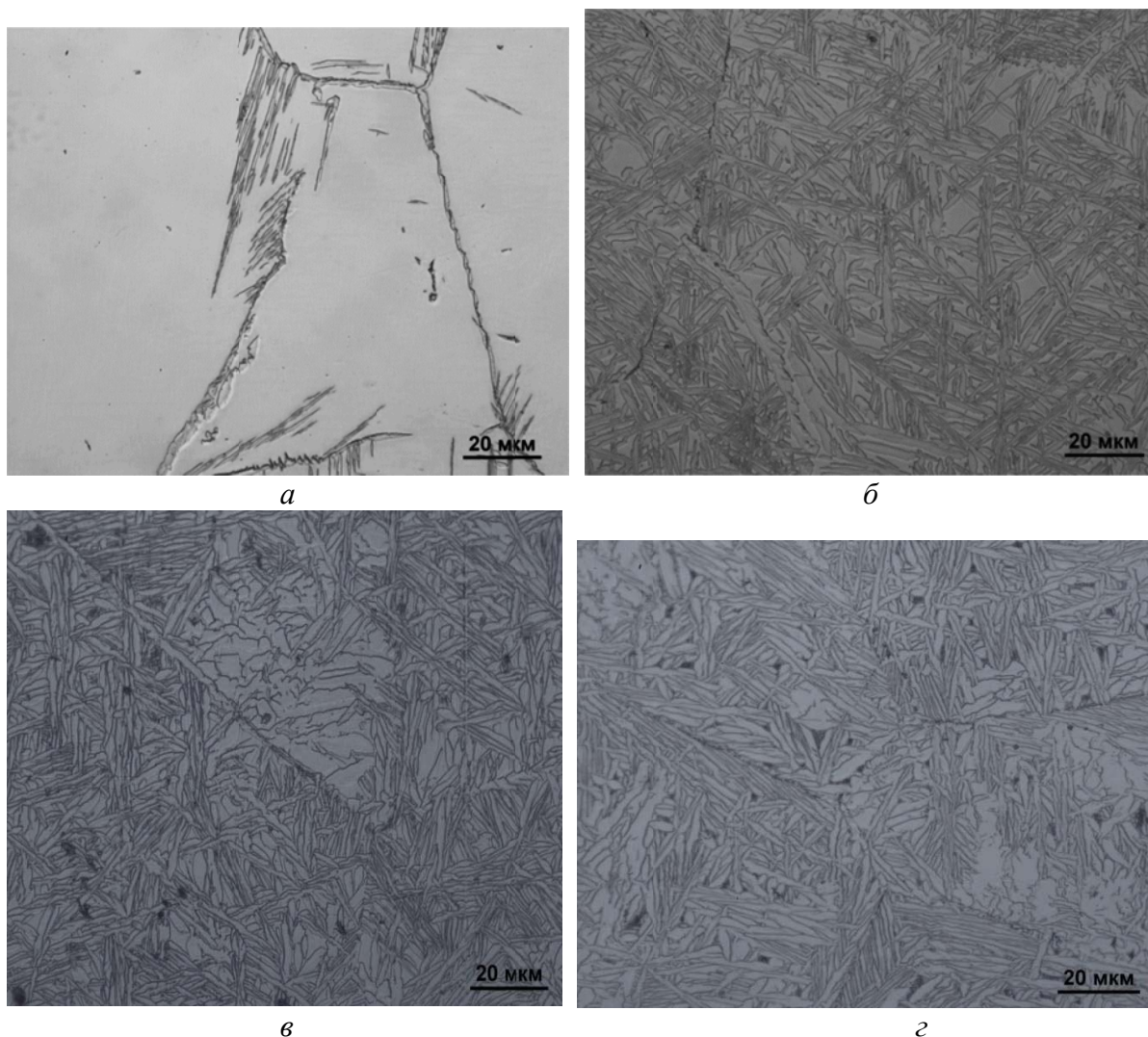


Рис. 1. Структура сплава Ti–21Al–23Nb–1V после охлаждения с температуры 1060 °С:

*а* – образец 1: охлаждение до 900 °С;

*б* – образец 2: охлаждение до 900 °С, выдержка 2 ч;

*в* – образец 3: охлаждение до 900 °С, выдержка 2 ч, охлаждение до 800 °С;

*г* – образец 6: охлаждение до 900 °С, выдержка 2 ч, охлаждение до 200 °С

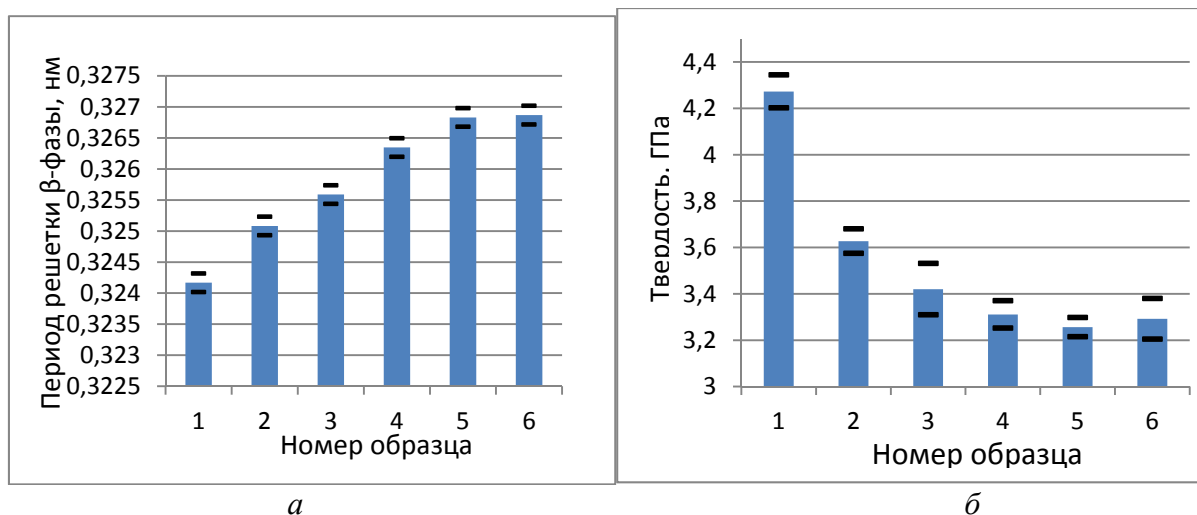


Рис. 2. Зависимость периода решетки  $\beta$ -фазы (а) и твердости (б) сплава Ti-21Al-23Nb-1V от режима термообработки

Таким образом, несмотря на некоторое количество дисперсных выделений (рис. 1, з), образец № 6 после охлаждения до комнатной температуры имеет низкую твердость, рис. 3. По данным РСФА  $\beta$ -фаза обогащена по Nb и ее приблизительно 40...50 %, все это говорит о стабильности  $\beta$ -фазы. Таким образом, цель работы получить достаточно пластичную структуру с достаточным содержанием  $\beta$ -фазы была достигнута. Данный режим охлаждения можно применять для крупногабаритных полуфабрикатов.

Таким образом, по полученным данным можно сделать следующие выводы.

1. В ходе экспериментов установлены изменения структурного состояния и фазового состава интерметаллидного сплава Ti-21Al-23Nb-1V в процессе охлаждения со ступенью при температуре 900 °C. Обнаружено, что распад  $\beta$ -фазы происходит с образованием небольшого количества  $\alpha_2$ -фазы и последующим выделением О-фазы в верхнем интервале температур (при 900 °C), что обеспечивает ее сохранение в структуре даже при охлаждении до комнатной температуры. Показано, что для образования значительного количества первичной О-фазы требуется не менее 2 ч выдержки при температуре 900 °C. В нижнем интервале температур (ниже 900 °C) происходит распад со вторичными выделениями О-фазы. При охлаждении с печью ниже температуры 600 °C следов распада  $\beta$ -фазы не зафиксировано.

2. Установлено, что твердость материала в ходе охлаждения падает, что связано с понижением удельного содержания Al и повышением удельного содержания Nb в  $\beta$ -фазе.

3. Режим охлаждения со ступенью при температуре 900 °C и выдержке в течение 2 ч и охлаждении до комнатной температуре позволяет получить стабильное структурное и фазовое состояние и

подходит для обработки крупногабаритных полуфабрикатов из сплава ВТИ-4.

*Работа выполнена при поддержке гранта Президента Российской Федерации МК-7923.2016.8*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Role of Matrix Microstructure on Room-Temperature Tensile Properties and Fiber-Strength Utilization of an Orthorhombic Ti–Alloy-Based Composite / C. J. Boehlert [et al.] // Metallurgical and materials transactions. 1997. V. 28, a. P. 309.
2. Microstructural evolution, creep, and tensile behavior of aTi–22Al–25Nb (at %) orthorhombic alloy / Wei Wang [et al.] // Materials Science&Engineering A603 (2014). P. 176–184.
3. Demakov S. L. Phase transformations in an alpha (2) titanium superalloy: I. Effects the quenching temperature and time at quenching temperature on the phase composition and structure of the alloy / S. L. Demakov, L. S. Stepanov, A. A. Popov // Fizika metallov i metallovedenie. 1998. V. 86, № 5. P. 115–122.



***И. В. Соловьев<sup>\*</sup>, О. Ю. Корниенко, А. Ю. Жиликов, М. С. Селиванова***

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

<sup>\*</sup> *igor.solovyev@urfu.ru*

Научный руководитель – доц., канд. техн. наук *С. В. Беликов*

## ИССЛЕДОВАНИЕ КИНЕТИКИ РАСПАДА ПЕРЕОХЛАЖДЕННОГО АУСТЕНИТА СТАЛИ 26ХН3М2ФА ПРИ НЕПРЕРЫВНОМ ОХЛАЖДЕНИИ

В работе изучена кинетика фазовых превращений стали 26ХН3М2ФА при непрерывном охлаждении. Построена термокинетическая диаграмма распада переохлажденного аустенита стали 26ХН3М2ФА. Установлено, что исследуемый материал обладает высокой устойчивостью к распаду по диффузионному механизму.

*Ключевые слова:* сталь, аустенит, непрерывное охлаждение, мартенсит, бейнит, перлит.

***I. V. Solovyev, O. Y. Kornienko, A. Yu. Zhilyakov, M. S. Selivanova***

## THE KINETICS OF DECOMPOSITION OF SUPERCOOLED AUSTENITE OF STEEL 26CrNi3Mo2V UNDER CONTINUOUS COOLING

The kinetics of phase transformations is considered. It is established that the steel 26CrNi3Mo2V has a high resistance to decay by the perlite mechanism. TTS diagram is constructed

*Keywords:* steel, austenite, continuous cooling, martensite, bainite.

Известно, что высоким комплексом механических свойств при длительной эксплуатации обладают стали с бейнитной и гетерогенной мартенсито-бейнитной структурой. Именно поэтому при изготовлении крупногабаритных изделий используют материалы с высокой устойчивостью переохлажденного аустенита, чтобы исключить формирование в структуре феррита, перлита, верхнего бейнита.

Исследования кинетики распада переохлажденного аустенита при непрерывном охлаждении проводили с помощью dilatометра «L75VD1600C (Linseis)». Образцы для dilatометрических исследований диаметром 6,0 мм и длиной 20,0 мм нагревали до температуры 860 °С выдерживали в течение 15 минут и охлаждали со скоростью 0,00017...100 °С/сек. Твердость определяли методом Роквелла согласно ГОСТ 9013–59.

Результаты исследования представлены в виде термокинетической диаграммы на рис. 1.

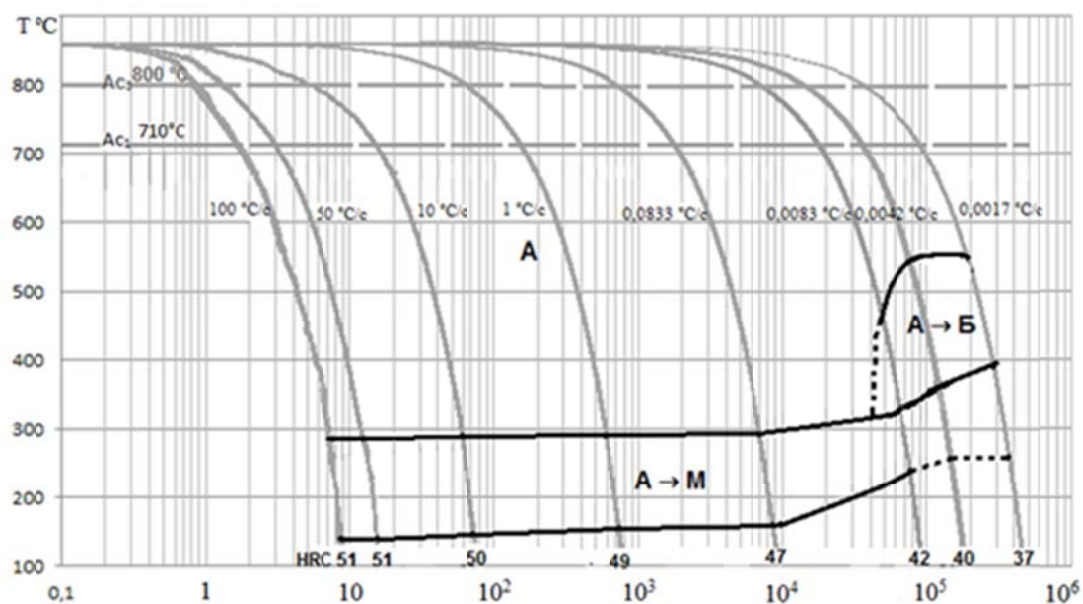


Рис. 1. Термокинетическая диаграмма распада переохлажденного аустенита в стали 26ХН3М2ФА

По результатам дилатометрического исследования при нагреве установлены критические температуры стали:  $A_{c1} = 710\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $A_{c3} = 801\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Легирующие элементы, замедляя диффузионные процессы, повышают устойчивость переохлажденного аустенита во всем исследуемом интервале скоростей охлаждения. Инкубационный период перлитного превращения настолько велик, что скорость охлаждения  $0,0017\text{ }^{\circ}\text{C/c}$  не позволила его зафиксировать.

В интервале скоростей охлаждения  $100 \dots 0,0833\text{ }^{\circ}\text{C/c}$  превращение происходит только по мартенситному механизму, которое начинается при температуре  $295\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Твердость материала составляет  $47\text{--}51\text{ HRC}$ . При охлаждении со скоростями  $0,0083 \dots 0,0017\text{ }^{\circ}\text{C/c}$  переохлажденный аустенит претерпевает превращения по диффузионно-сдвиговому и сдвиговому механизмам. Следует отметить, что при уменьшении скорости охлаждения происходит повышение температуры  $M_n$  ( $M_k$ ), которая составляет  $395$  ( $235$ )  $^{\circ}\text{C}$  при охлаждении со скоростью  $0,0042\text{ }^{\circ}\text{C/c}$ . Вероятно это связано с тем, что в результате медленного охлаждения материала происходит выделение карбида молибдена, в следствие чего в аустените концентрация углерода снижается и происходит повышение температур  $M_n$  и  $M_k$ .

*Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства образования и науки Российской Федерации рамках реализации федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014–2020 годы» (шифр заявки «2015–14–579–0173–366»). Соглашение о предоставлении субсидии № 14.578.21.0114 от 27 октября 2015 г. Уникальный идентификатор ПНИЭР – RFMEFI57815X0114.*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Гольдштейн М. И. Специальные стали : учебник / М. И. Гольдштейн, С. В. Грачев, Ю. Г. Векслер. Москва : МИСИС, 1999. 408 с.
2. Попов А. А. Фазовые превращения в металлических сплавах / А. А. Попов. Москва : Metallurgizdat, 1963. 312 с.
3. Гольдштейн М. И. Дисперсионное упрочнение стали / М. И. Гольдштейн, В. М. Фарбер. Москва : Metallurgiya, 1979. 208 с.

## СЕКЦИЯ 3. ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ, КЕРАМИЧЕСКИЕ И КОМПОЗИЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ

УДК 621.002.3-419

**М. И. Храмова\***

Самарский национальный исследовательский университет имени академика

С. П. Королева (Самарский университет), г. Самара

\* *khramova.mari@gmail.com*

Научный руководитель – доцент *Е. А. Носова*

### ИССЛЕДОВАНИЕ ИЗМЕНЕНИЯ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ ИЗ СПЛАВОВ Д16, АМЦ, 1420 ПРИ ХОЛОДНОЙ ЛИСТОВОЙ ПРОКАТКЕ

В работе исследовано влияние режимов холодной прокатки на распределение и величину остаточных напряжений в толще листа многослойных композиционных материалов. Рассматривалось влияние скорости и трения на остаточные напряжения в толще листа. Исходными данными являлись горячекатаные листы алюминиевых сплавов Д16, АМц, 1420, предназначенные для дальнейшей холодной прокатки.

*Ключевые слова:* алюминиевые сплавы, холодная прокатка, отжиг, технологичность, остаточные напряжения, закалка, старение, критерий технологичности.

**М. I. Khramova**

### INVESTIGATION OF CHANGES IN THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF COMPOSITE MATERIALS FROM ALLOYS D16, AMZ, 1420 WITH COLD SHEET ROLLING

The work investigated the influence of modes of cold rolling on the distribution and magnitude of residual stresses in the thickness of the sheet of multilayer composite materials. Considered the impact of speed and friction on residual stresses in the thickness of the sheet. The source data were the hot-rolled sheets of aluminum alloy D16, AMC, 1420, designed for further cold rolling.

*Keywords:* aluminum alloys, cold rolling, annealing, technology, residual stresses, hardening, aging, the criterion of adaptability.

В области обработки давлением алюминиевых сплавов накоплен многолетний практический опыт. Кроме того, вопрос хорошо проработан теоретически. Все это в большей степени связано с развитием самолето- и

ракетостроения. Сложные конструкции летательных аппаратов требовали соответствующей формы детали и свойств материала, из которого она была сделана. Алюминий, благодаря оптимальному сочетанию «прочность – вес», быстро завоевал место в производстве комплектующих для отраслей промышленности.

В данной работе исходными данными являлись горячекатаные листы композиционных алюминиевых сплавов. Было взято в качестве фактора, влияющего на технологические свойства сплавов при холодной прокатке распределение остаточных напряжений по объему металла при различных условиях прокатки. При этом встала необходимость выбора критерия технологичности. Исследование включало построение теоретической модели, адекватность которой проверялась моделированием процесса с учетом реальной структуры.

Сплав Д16, в сравнении с другими дюралюминами, обладает повышенной прочностью и меньшей пластичностью, в следствии высокого содержания магния. Сплав склонен к межкристаллитной коррозии. Значительное повышение коррозионной стойкости листов из сплава, достигается плакированием. АМц высокая пластичность, но низкая прочность. Сплав 1420 системы Al–Mg–Li отличается от сплава Д16 пониженной на 11 % плотностью и повышенным на 4 % модулем упругости.

Выбор режимов прокатки и термообработки. Были рассмотрены процессы продольной прокатки листов из сплавов Д16, АМц, 1420. Д16 – отжиг 500 °С, выдержка час, закалка в воде; 1420 – отжиг 460 °С, выдержка 1 час, закалка в воде; АМц – отжиг 460 °С, выдержка час, закалка в воде. Степень обжатия – 50 %, толщина заготовки 2,5 мм, коэффициент трения – 0,4, скорость прокатки 173 м/с.

Наиболее рациональным сочетанием режимов прокатки для равномерно распределенных внутренних напряжений и текстуры является режим со скоростью прокатки 120 м/с и коэффициенте трения 0,4, обеспечивающий наибольший выход годной продукции и снижение затрат на использование смазочных масел и их очистки.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Мальцев М. В. Металлография промышленных цветных металлов и сплавов / М. В. Мальцев. Москва : Металлургия, 1970. 364 с.
2. Колачев Б. А. Металловедение и термическая обработка цветных металлов и сплавов / Б. А. Колачев, В. А. Ливанов, В. И. Елагин. Москва : Металлургия, 2005. 416 с.
3. Мондольфо Л. Ф. Структура и свойства алюминиевых сплавов / Л. Ф. Мондольфо; пер. с англ.; под ред. А. Т. Туманова, Ф. И. Квасова, И. Н. Фриляндера. Москва : Металлургия, 1979. 640 с.

4. Burchitz I. Highlights of designing with Hylite – a new material concept Materials Science and Design / R. S. Boesenkool, Zwaag van der, M. Tassoul // Aluminium. № 26. 2005. P. 271–279.
5. Колпашников А. И. Прокатка листов из легких сплавов / А. И. Колпашников. Москва : Металлургия, 1979. 264 с.

**В. В. Самойленко\***

Открытое акционерное общество «Композит», г. Москва

\* *rubanova-v@bk.ru*,

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук С. В. Бухаров

## ПРОШИВНАЯ ТЕХНОЛОГИЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ 3-МЕРНЫХ КАРКАСОВ УУКМ

В данной работе рассматривается усовершенствованная tufting-технология, которая позволяет дополнительно уплотнить пакет-заготовку для армирования УУКМ путем трансверсальной прошивки, с целью изготовления 3-мерных волокнистых каркасов.

*Ключевые слова:* прошивная технология, УУКМ, 3-мерные каркасы, армирование, композиционные материалы.

**V. V. Samoylenko**

## PIERCING TECHNOLOGY OF MANUFACTURING OF 3-DIMENSIONAL SKELETONS OF CARBON-CARBON COMPOSITE MATERIAL

In this paper, we consider an advanced tufting technology that allows us to further compact the billet package for reinforcing the carbon-carbon composite material by transversal flashing, in order to produce 3 dimensional fibrous frames.

*Keywords:* piercing technology, carbon-carbon composite material, 3-dimensional skeletons, reinforcement, composite materials.

В настоящее время в области производства и изготовления УУКМ для армирования пакета-заготовки чаще всего применяется стержневая технология, но данная технология является дорогостоящей и трудоемкой. А также последнее время не может обеспечить получение материалов с требуемыми характеристиками.

В зависимости от требований к производимому материалу используют различные виды армирования, например, из переплетенных нитей используют двунаправленную (2D) ткань (характеризующуюся количеством филаментов в нити, размером пучка, шагом и количеством нитей, видом плетения и плотностью укладки нитей). В случае необходимости схема армирования меняется от двунаправленной (2D) к трехнаправленной (3D) ткани, варьируется количество и тип волокна в армирующих элементах изделий. Вследствие этого получаемый конструкционный композиционный материал выдерживает расчётные нагрузки.

Одной из простых многонаправленных систем является система в трёх взаимно перпендикулярных направлениях нитей (3D). В момент формирования объёмного (3D) каркаса толщина нити может варьироваться в зависимости от плотности связки ниток.

Современные технологии позволяют получать объёмные каркасы различных геометрических форм, а также производить моноизделия сочетающие в себе сложные геометрические фигуры, такие как, например, цилиндр с полусферическим куполом, призма с куполом в виде конуса.

В данной работе рассматривается усовершенствованная tufting-технология, которая позволяет дополнительно уплотнить пакет-заготовку для армирования УУКМ путем трансверсальной прошивки. Дополнительное уплотнение, возможное до толщины 200 мм, необходимо для получения композиционного материала с большей плотностью. Для этих целей используется специальный набор прошивных игл, разработана специальная оснастка и приспособления для получения образцов преформ с 3D схемы армирования, имеющих разную плотность за счет варьирования шага и толщины нити. В качестве ткани была выбрана УТ-900, а в качестве прошивной нити УТН-5000. В подобных технологиях при исследовании технологии изготовления преформ установлено повреждение углеродного волокна в прошивной нити и тканевом пакете, которое усугубляется при уменьшении шага прошивки, толщины тканевого пакета и прошивной нити, и её расположение в периферийной области пакета, а также усилия протягивания нити через пакет.

Для исследования были выбраны стандартные методы оценки истираемости нитей при ткацких технологиях, а также нестандартные методы оценки прочности моноволокна, разрыва пучка нитей и испытаний микропластика. Структурными методами (микроскопия) проведена оценка количества новых разрывов элементарных волокон, также рассмотрен вопрос изменения угла смачивания поверхности волокон прошивной нити.

Таким образом, по результатам проведенных исследований можно сказать, что проблемными вопросами в данной технологии являются вопросы снижения коэффициента трения и уменьшения истираемости нити, для сохранения прочностных свойств 3D волокнистых преформ.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Михайлин Ю. А. Термоустойчивые полимеры и полимерные материалы / Ю. А. Михайлин. Санкт-Петербург : Профессия, 2006. 624 с.
2. Макаллистер Л. Многонаправленные углерод-углеродные композиты // Прикладная механика композитов / Л. Макаллистер, У. Лакман. Москва : Мир, 1989. С. 226–294.
3. Бушуев Ю. Г. Углерод-углеродные композиционные материалы: справочник / Ю. Г. Бушуев, М. И. Персии, В. А. Соколов. Москва : Металлургия, 1994. 128 с.



***Н. В. Луконина<sup>\*</sup>, Е. А. Носова, Ф. В. Гречников***

Самарский национальный исследовательский университет имени академика  
С. П. Королёва, г. Самара

<sup>\*</sup> *lukonina.natalya@inbox.ru*

## ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ОБЛАСТЕЙ КОГЕРЕНТНОГО РАССЕЯНИЯ РЕНТГЕНОВСКИХ ЛУЧЕЙ НА ШТАМПУЕМОСТЬ ЛИСТОВ ИЗ СПЛАВОВ СИСТЕМЫ Al–Mg

Целью исследования было изучение влияния режимов пластической деформации и отжига на микроструктуру и механические свойства Al–Mg сплавов.

Для достижения поставленной цели были решены следующие задачи: 1) Выбраны режимы термообработки и пластической деформации для получения определенного размера зерна, 2) проведены механические испытания для оценки механических свойств и штампуемости; 3) проведены микроструктурные исследования. Актуальность данной работы заключалась в нахождении связи между размерами зерен, областей когерентного рассеяния и режимов обработки.

Установлено, что с ростом степени холодной пластической деформации в сплавах AMg2 и AMg6 увеличивается роль размеров областей когерентного рассеяния рентгеновских лучей на физическое уширение интерференционных линий рентгеновских лучей.

*Ключевые слова:* алюминиевые сплавы, прокатка, штампуемость, микроструктура, размер зерна, размер областей когерентного рассеяния, механические свойства, термообработка.

***N. V. Lukonina, E. A. Nosova, F. V. Grechnikov***

## INVESTIGATION OF THE OF X-RAY COHERENT SCATTERING AREAS EFFECT ON SHEETS FROM Al–Mg ALLOYS STAMP ABILITY

The aim of the study was to study the influence of plastic deformation and annealing regimes on the microstructure and mechanical properties of Al–Mg alloys.

To achieve this goal, the following tasks were considered: 1) Heat treatment and plastic deformation modes were chosen to obtain a certain grain size; 2) mechanical tests were performed to evaluate mechanical properties and stamping; 3) microstructural studies were carried out. The relevance of this work was to find a connection between grain sizes, coherent scattering regions, and processing regimes.

It is established that the role of the sizes of the coherent X-ray scattering regions on the physical broadening of the x-ray interference lines increases with increasing degree of cold plastic deformation in AMg2 and AMg6 alloys.

*Keywords:* aluminum alloys, rolling, stamping, microstructure, grain size, size of coherent scattering regions, mechanical properties, heat treatment.

Сплавы системы Al–Mg применяют в авиации, судостроении, железнодорожном и автомобильном транспорте. Для изготовления различных корпусных деталей, как правило, эти детали изготавливают из листа методом листовой штамповки. В связи с этим является актуальным повышения штампуемости сплавов для улучшения качества конструкции и снижения себестоимости деталей [1]. Слоистые композитные материалы, полученные в результате многоциклового прокатки, широко применяются в машиностроении [2]. Увеличение количества слоёв за счёт уменьшения толщины каждого слоя способствует при требуемой общей толщине обеспечить лучшую вибрационную стойкость, высокие усталостные характеристики, устойчивость к ударным нагрузкам [3].

Сплавы системы Al–Mg обладают достаточной прочностью, хорошей пластичностью, коррозионной стойкостью, свариваемостью. Поставляются в отожжённом, нагартованном, горячекатаном состоянии.

Содержание Mg в этих сплавах составляет от 1 до 6 % с увеличением Mg количество  $\beta$  фазы увеличивается что приводит к увеличению предела прочности, предела текучести, а следовательно изменению штампуемости [4].

В данном исследовании была установлена зависимость механических и технологических характеристик алюминиевых сплавов на основе Al–Mg в зависимости от размера зерна.

На основе диаграмм рекристаллизации установлено, что зерно размером 20–40 мкм может быть получено при деформации сплавов AMg1, AMg5, AMg6, со степенями обжатия 30–75 % при отжиге 350–450 °C.

При деформировании со степенью обжатия 30 % и отжиге при температуре 380–420 °C была получена структура с размерами зерен 15–45 мкм и областей когерентного рассеяния (ОКР) 7–8 Å в сплавах AMg5, AMg6 и 23–47 Å в сплаве AMg1. Также было установлено, что с увеличением температуры отжига увеличивается размер зерна и ОКР.

Показатель штампуемости для сплава AMg5 при размерах зерен от 15 до 45 мкм для равен 0,5–0,6, для сплавов AMg6–0,7–0,8. Показатель деформируемости по Мартенсу увеличивается с ростом зерна для сплавов AMg5, AMg6 и уменьшается для сплава AMg1.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Третьяков А. В. Механические свойства металлов и сплавов при обработке давлением. Москва : Металлургия, 1973. 53 с.
2. Anghelus A. Microstructural evolution of aluminium / Al–Ni–Sm glass forming alloy laminates obtained by Controlled Accumulative Roll Bonding / A. Anghelus, M. -N. Avettand-Fènoël, C. Cordier // Journal of Alloys and Compounds. 2015. P. 209–218.
3. Скрипняк Н. В. Динамика разрушения алюминий-магниевого сплава АМг6 [Электронный ресурс] / Н. В. Скрипняк // Современные проблемы науки и образования. 2013. № 6. Режим доступа: <https://www.scienceeducation.ru/ru/article/view?id=11375> ( дата обращения: 19.09.2017).
4. Мондольфо Л. Ф. Структура и свойства алюминиевых сплавов / Л. Ф. Мондольфо ; пер. с англ. Москва : Металлургия, 1979. 640 с.

**Ю. А. Авдеева<sup>1</sup>, И. В. Лужкова<sup>1</sup>, С. В. Скочилова<sup>2\*</sup>, А. Н. Ермаков<sup>1</sup>,  
Л. Х. Аскарлова<sup>2</sup>, Ю. Г. Зайнулин<sup>1</sup>**

<sup>1</sup> ФГБУН Институт химии твердого тела УрО РАН, г. Екатеринбург

<sup>2</sup> Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина, г. Екатеринбург

\* svetlana9708@mail.ru

## ПЛАЗМОХИМИЧЕСКИЙ СИНТЕЗ ТИТАН-МОЛИБДЕНОВОГО КАРБИДА (К-ФАЗА) В НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЙ АЗОТНОЙ ПЛАЗМЕ

Экстремальным воздействием на механическую смесь карбида титана с металлическим молибденом в рамках плазмохимического синтеза по схеме плазменной переконденсации в низкотемпературной азотной плазме получены нанокристаллические композиции, содержащие в своем составе сложный титан-молибденовый карбид  $Ti_{1-x}Mo_xC$ . Аттестация нанопорошков производилась методами рентгенофазового анализа и растровой электронной микроскопии с возможностью применения энергодисперсионного анализа для определения химического состава продуктов синтеза.

*Ключевые слова:* плазменная переконденсация, низкотемпературная азотная плазма, титан-молибденовый карбид, К-фаза, рентгенофазовый анализ, растровая электронная микроскопия, энергодисперсионный анализ.

***Yu. A. Avdeeva, I. V. Luzhkova, S. V. Skochilova, A. N. Ermakov,  
L. Kh. Askarova, Yu. G. Zainulin***

## PLASMA-CHEMICAL SYNTHESIS OF TITANIUM-MOLYBDENUM CARBIDE (K-PHASE) IN A LOW-TEMPERATURE NITROGEN PLASMA

Nanocrystalline compositions containing  $Ti_{1-x}Mo_xC$  complex titanium-molybdenum carbide have been obtained with an extreme effect on the mechanical mixture of titanium carbide with metallic molybdenum within the framework of plasma-chemical synthesis by the plasma recondensation scheme in a low-temperature nitrogen plasma. Certification of nanopowders was carried out using X-ray phase analysis and scanning electron microscopy with the possibility of using energy-dispersive analysis to determine the chemical composition of the synthesis products.

*Keywords:* plasma recondensation, low-temperature nitrogen plasma, titanium-molybdenum carbide, K-phase, X-ray phase analysis, scanning electron microscopy, energy-dispersive analysis.

Широкая известность титан-молибденового карбида  $Ti_{1-x}Mo_xC$  (К-фазы) приурочена к разработкам безвольфрамовых твердых сплавов на

основе карбидов и карбонитридов титана с никель-молибденовой связующей, некоторые сведения о которых приводятся в ряде литературных источников [1]. Непосредственно сам титан-молибденовый карбид, выделяясь в процессе жидкофазного спекания по схеме «растворение–переосаждение» на границе тугоплавкой основы, провоцирует формирование оболочки, содержащей элементы как тугоплавкой основы, так и связующей жидкой фазы, что впоследствии приводит к значительному упрочнению всей тугоплавкой композиции и обеспечивает ее использование в тяжелых условиях черновой обработки резанием различных металлических материалов.

В настоящее время становится интересным получение нанокристаллического титан-молибденового карбида  $Ti_{1-x}Mo_xC$  (K-фазы) в индивидуальной форме. В качестве методики синтеза можно предложить плазменную переконденсацию механической смеси карбида титана и металлического молибдена в условиях низкотемпературной азотной плазмы. Ввиду того, что низкотемпературная азотная плазма в интервале 4000 – 6000 °С обеспечивает квазиравновесное состояние [2], а изменение энергии Гиббса  $\Delta G$  для карбидов титана и молибдена по сведениям [3] имеет значительную разницу, в процессе испарения и последующей конденсации фазообразование будет идти в направлении карбида титана с возможным его замещением в металлической подрешетке на атомы молибдена. Исходя из критически высоких скоростей охлаждения, можно с полной уверенностью спрогнозировать формирование индивидуального титан-молибденового карбида  $Ti_{1-x}Mo_xC$ .

Плазмохимический синтез осуществлялся по схеме плазменной переконденсации, описанной в работе [4], в низкотемпературной азотной плазме. Мощность установки составляла 25 кВт, расход исходного прекурсорного сырья в виде механической смеси карбида титана и металлического молибдена 200 г/час. После переконденсационных мероприятий во вращающемся токе газообразного азота происходило разделение переработанной порошковой массы на бункерную фракцию (наиболее крупные частицы, неразложившееся сырье и пр.), классификаторах 1 (циклон вихревого типа) и 2 (рукавный тканевый фильтр). Все порошковые фракции были подвержены рентгенофазовому анализу на рентгеновском дифрактометре SHIMADZU XRD-7000 ( $CuK_{\alpha}$ ) и электронной микроскопии на сканирующем электронном микроскопе JEOL JSM – 6390 (W-катод). Обработка рентгеновских данных производилась с применением картотек базы данных ICDD и ICSD в виде оболочек WINXPOW (определение фазового состава), PowderCell 2.3 (уточнение параметров элементарных ячеек).

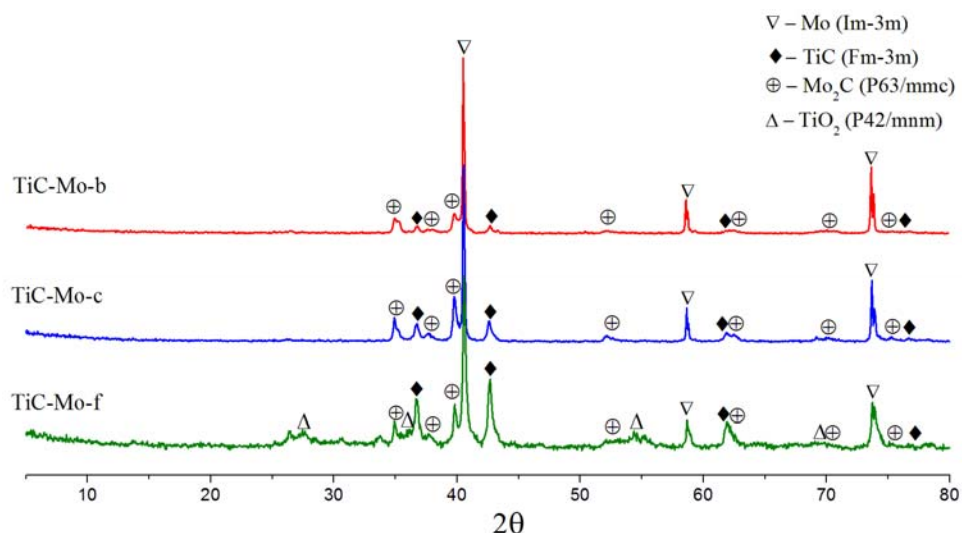


Рис. 1. Рентгенограммы титан-молибденового карбида после переконденсации в низкотемпературной азотной плазме

Таблица 1  
Результаты рентгенофазового анализа титан-молибденового карбида после переконденсации в низкотемпературной азотной плазме

Фракция	Состав, пр. гр., параметры
ТiС-Мо_бункер	Mo (Im-3m), 48,45 масс %, $a = 3,1482$ TiC (Fm-3m), 23,43 масс %, $a = 4,2402$ Mo <sub>2</sub> C (P63/mmc), 28,13 масс %, $a = 2,9661$ , $c = 4,7545$
ТiС-Мо_циклон	Mo (Im-3m), 30,30 масс %, $a = 3,1475$ TiC (Fm-3m), 42,03 масс %, $a = 4,2417$ Mo <sub>2</sub> C (P63/mmc), 27,27 масс %, $a = 2,9713$ , $c = 4,7658$
ТiС-Мо_фильтр	Mo (Im-3m), 18,12 масс %, $a = 3,1419$ TiC (Fm-3m), 45,44 масс %, $a = 4,2354$ Mo <sub>2</sub> C (P63/mmc), 6,29 масс %, $a = 2,9685$ , $c = 4,7666$ TiO <sub>2</sub> (P42/mnm), 30,15 масс %, $a = 4,5955$ , $c = 2,9777$

Основываясь на результатах рентгенофазового анализа (рис. 1, табл. 1), можно сказать, что все три фракции содержат в своем составе сложный кубический титан-молибденовый карбид  $Ti_{1-x}Mo_xC$ , параметр элементарной ячейки которого сравнительно меньше чем у стандарта, в качестве которого применялся карбид титана  $TiC_{1,0}$ . Помимо К-фазы зафиксировано присутствие металлического молибдена кубической модификации (пр. гр. Im-3m) и гексагонального карбида молибдена  $Mo_2C$  (пр. гр. P63/mmc). Наличие примесных фаз обусловлено высоким содержанием молибдена в исходной прекурсорной смеси, его соотношение с карбидом титана по массе составляло 1 : 1.

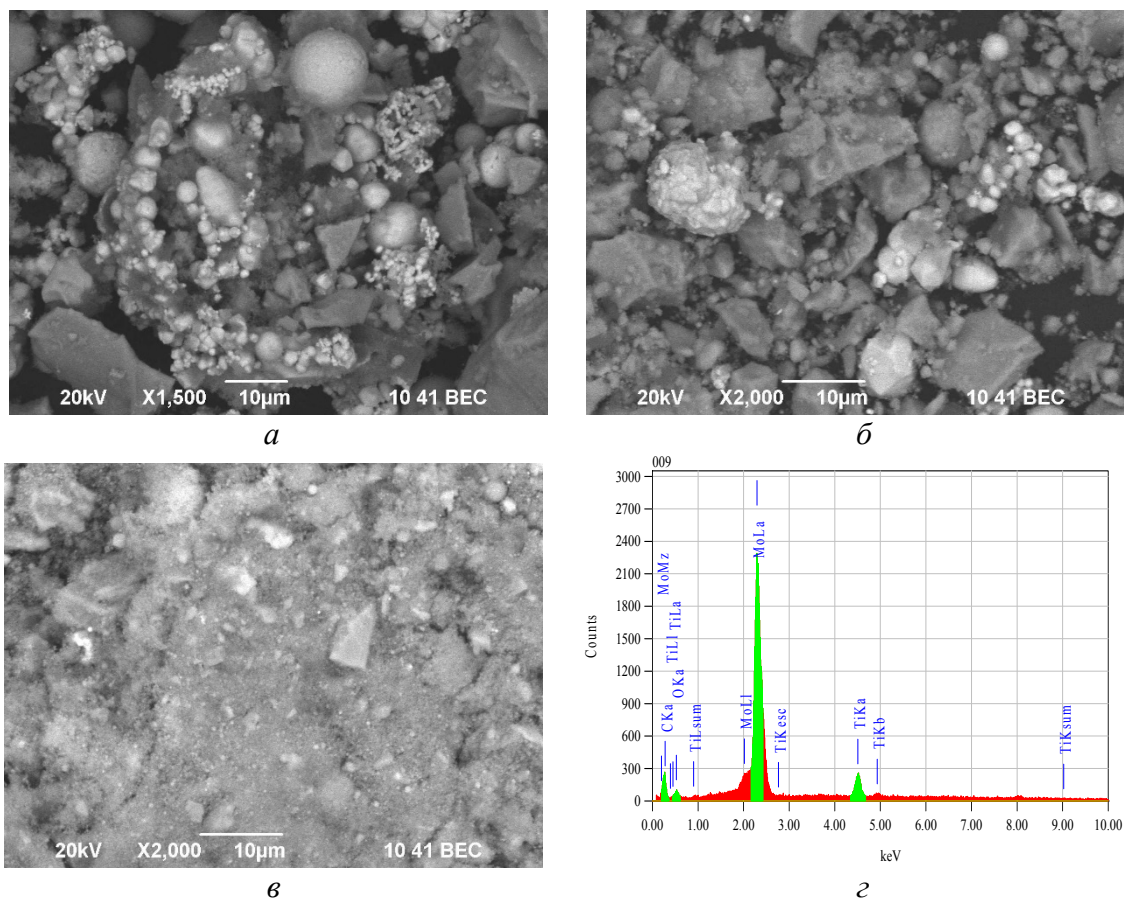


Рис. 2. Результаты EDX-анализа TiC–Mo после плазменной переконденсации в низкотемпературной азотной плазме: *а, г* – бункер, *б* – циклон, *в* – фильтр

Таблица 2

Результаты энергодисперсионного анализа TiC-Mo фракций бункера, циклона и фильтра, полученных в результате плазменной переконденсации в низкотемпературной азотной плазме

точки	состав, масс%				точки	состав, масс%				точки	состав, масс%			
	O	Ti	Mo	C		O	Ti	Mo	N		O	Ti	Mo	N
TiC-Mo_b					449с(TiC-Mo)					449ф(TiC-Mo)				
1	-	10,09	89,91	-	1	6,28	5,70	88,01	-	1	-	89,17	10,83	-
2	0,19	4,43	95,38	-	2	-	95,19	-	4,81	2	8,74	11,74	79,51	-
3	-	1,96	98,04	-	3	-	97,12	-	2,88	3	1,32	96,95	1,17	0,56
4	-	96,81	3,19	-	4	6,29	8,20	85,51	-	4	3,90	10,26	85,84	-
5	0,20	4,81	94,51	0,48	5	2,08	4,14	93,78	-	5	7,07	16,56	76,37	-
6	-	2,10	97,90	-	6	5,76	4,74	89,49	-	6	-	97,04	2,96	-
7	0,55	60,84	38,62	-	7	-	100,00	-	-	7	6,50	91,68	1,82	-
8	-	2,40	97,60	-	8	-	95,38	-	4,62	8	14,66	75,62	9,72	-
9	0,36	5,01	91,47	3,17	9	-	41,72	58,28	-	9	3,11	94,46	2,42	-
10	0,63	60,75	38,62	-	10	6,45	17,22	76,33	-	10	8,67	35,62	55,71	-
11	0,50	8,32	90,98	0,20	11	3,58	23,23	73,19	-	11	11,97	60,86	27,17	-
12	0,06	1,62	98,04	0,28										
13	0,52	8,08	91,26	0,13										
14	0,18	17,00	82,82	-										
15	0,21	16,95	81,73	1,11										

По данным растровой электронной микроскопии следует отметить, что в зависимости от стадии выгрузки изменяется форма частиц (рис. 2).

Так, например, во фракциях из циклона и бункера могут присутствовать сферические частицы микронного диапазона, а во фракции из фильтра межфазные границы практически неразличимы. В этом случае, базируясь на данных различных публикаций, описывающих процессы кристаллизации тугоплавких соединений [5], можно сказать, что в бункере и циклоне собираются, в том числе и шарообразные частицы, скорость кристаллизации которых несколько ниже ввиду их затвердевания по схеме «пар–жидкое–твердое», что предполагает и увеличение их массы. На фильтре, как правило, собираются нанокристаллические частицы неправильной формы с наименьшей массой по причине кристаллизации по схеме «газ–твердое».

Результаты энергодисперсионного анализа, представленные на рис. 2 и табл. 2, указывают на то, что металлическая оболочка молибдена настолько велика, что в нано- и ультрадисперсных композициях практически не фиксируются углерод и другие легкие элементы, входящие в состав порошковых фракций.

*Авторы выражают благодарность к.т.н. Добринскому Э.К. (ФГУП ГНИИХТЭОС) за помощь в проведении экспериментов по плазменной переконденсации нанокристаллических порошков тугоплавких соединений титана и молибдена, покрытых различными металлическими оболочками.*

## ЛИТЕРАТУРА

1. Жилиев В. А. Химические основы жидкофазного спекания TiC- и Ti(C,N)-керметов. Ч. 1. Закономерности процессов растворения, фазо- и структурообразования в системах TiC–Ni и TiC–Ni/Mo / В. А. Жилиев, Е. И. Патраков, В. В. Федоренко // Вестник Пермского национального исследовательского политехнического университета. Машиностроение, материаловедение. 2012. С. 32–40.
2. Бородин В. И. Низкотемпературная плазма в процессах получения металлов / В. И. Бородин. Петрозаводский государственный университет, 1993. 10 с.
3. Barin I. Thermochemical Data of Pure Substances. Third Edition / I. Barin. In collab. with Gregor Platzki. Weinheim, New York, Basel, Cambridge, Tokyo : VCH, 1995. 2003 p.
4. Стороженко П. А. Нанодисперсные порошки: методы получения и способы практического получения / П. А. Стороженко, Ш. Л. Гусейнов, С. И. Малашин // Российские нанотехнологии. 2009. № 1–2. С. 27–39.
5. Морохов И. Д. Ультрадисперсные металлические среды / И. Д. Морохов, Л. И. Трусов, С. П. Чижик. Москва : Атомиздат, 1977. 261 с.



***А. А. Голубева<sup>\*</sup>, В. Н. Дмитриев, С. В. Коновалов***

Самарский национальный исследовательский университет имени академика

С. П. Королева (Самарский университет), г. Самара

<sup>\*</sup>*gol.nastya2018@yandex.ru*

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук *С. В. Коновалов*

## **СТРУКТУРА И СВОЙСТВА МЕТАЛЛИЧЕСКИХ ПОРОШКОВ, ПОЛУЧЕННЫХ ИЗ ОТХОДОВ ЭЛЕКТРОЭРОЗИОННОЙ ОБРАБОТКИ**

В статье представлены исследования состава, структуры и свойств порошков, полученных из отходов электроэрозионной обработки жаропрочного сплава.

*Ключевые слова:* электроэрозионное диспергирование, порошок, состав, структура, свойства.

***A. A. Golubeva, V. N. Dmitriev, S. V. Kononov***

## **STRUCTURE AND PROPERTIES OF METAL POWDERS OBTAINED FROM WASTE OF ELECTROEROSIVE PROCESSING**

The paper presents studies of the composition, structure and properties of powders obtained from waste products of the high-temperature alloy electroerosion treatment.

*Keywords:* electroerosive dispersion, powder, composition, structure, properties.

Электроэрозионная обработка материалов как метод производства известна с 1943 года. Изобретение электроэрозионной обработки (ЭЭО) имело выдающееся значение. К традиционным способам формообразования (резанию, литью, обработки давлением) прибавился совершенно новый способ, в котором непосредственно использовались электрические процессы. И сейчас этот устоявшийся метод может в скором времени обрести новое применение в промышленном производстве.

Как и для любого метода обработки для ЭЭО есть ряд преимуществ и недостатков. Одним из главных недостатков метода является утилизация отходов после обработки. Каждое предприятие тратить часть своего бюджета на утилизацию отходов производства или же оплачивает услуги компаний, занимающихся утилизацией.

Отходы ЭЭО – шлам труднообрабатываемых авиационных материалов (рис. 1), в нем содержатся микропорошки, которые в основном состоят из частиц сферической формы с примесями графита, меди и

минерального масла. Утилизация этих отходов весьма дорога и загрязняет природную среду.

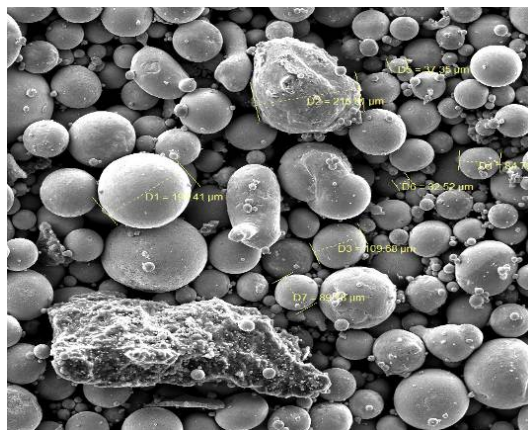


Рис. 1. Отходы ЭЭО

Объектом исследования является жаропрочный сплав в виде отхода после ЭЭО. Отходы ЭЭО – шлам т руднообрабатываемых авиационных материалов, в нем содержатся микропорошки, которые в основном состоят из частиц сферической формы с примесями графита, меди и минерального масла.

Структура и свойства порошка изучались после проведения предварительной очистки от примесей и загрязнений, появляющихся в результате ЭЭО. Они представляют собой минеральное масло, остатки углерода и др.

Для получения представления о химическом составе, очищенные порошковые материалы были отправлены на рентгенофлуоресцентный анализ (РФА). Метод РФА основан на сборе и последующем анализе спектра, возникающего при облучении исследуемого материала рентгеновским излучением. Результаты этого исследования показаны в табл. 1 и 2. На рис. 2 представлено изображение морфология поверхности частиц порошка.

Таблица 1

Анализ некоторого количества частиц

Элемент	Килоэлектронвольты (кэВ)	Массовый %	Атомный %
Al	1,486	2,01	4,28
Ti	4,508	3,45	4,14
Cr	5,411	19,84	21,93
Fe	6,398	14,27	14,69
Ni	7,471	51,17	50,10
Mo	2,293	6,86	4,11
W	1,774	2,39	0,75

Таблица 2

## Анализ одной частицы

Элемент	Килоэлектронвольты (кэВ)	Массовый %	Атомный %
C	0,277	26,97	63,56
Al	1,486	1,09	1,14
Ti	4,508	3,18	1,88
Cr	5,411	15,81	8,61
Fe	6,398	7,03	3,56
Ni	7,471	41,22	19,87
Mo	2,293	4,69	1,38

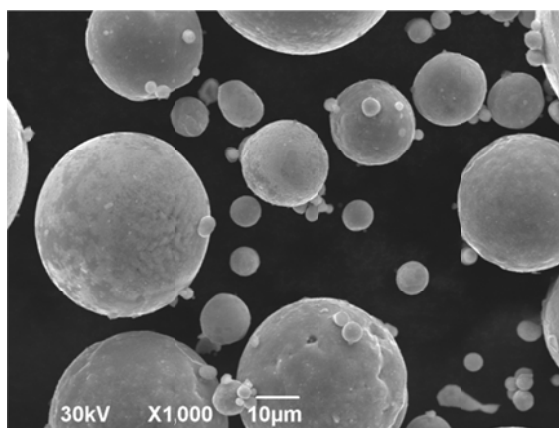


Рис. 2. Морфология поверхности частиц порошка после очистки

Гранулометрический анализ порошков (рис. 3), проведенный на приборе «Analysette 22» показал, что основную массу порошка составляют гранулы размера 0,3–0,5 мм.

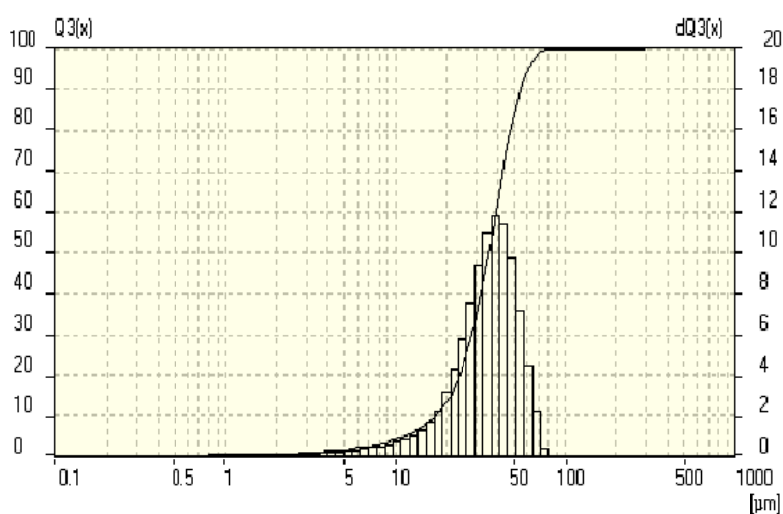


Рис. 3. Диаграмма гранулометрического состава шлама ЭЭО

Определение фазового состава основано на том, что каждое индивидуальное кристаллическое вещество имеет свой набор межплоскостных расстояний  $d$  и дает специфическую дифрактограмму с определенным набором пиков. Анализ облегчается, если предположительно известно, какой материал зафиксирован на дифрактограмме.

На рис. 4 показана дифрактограмма очищенного шлама ВЖЛ-14. Анализ дифрактограммы показал наличие тонкой оксидной неравномерно расположенной на поверхности каждой порошинки металла.

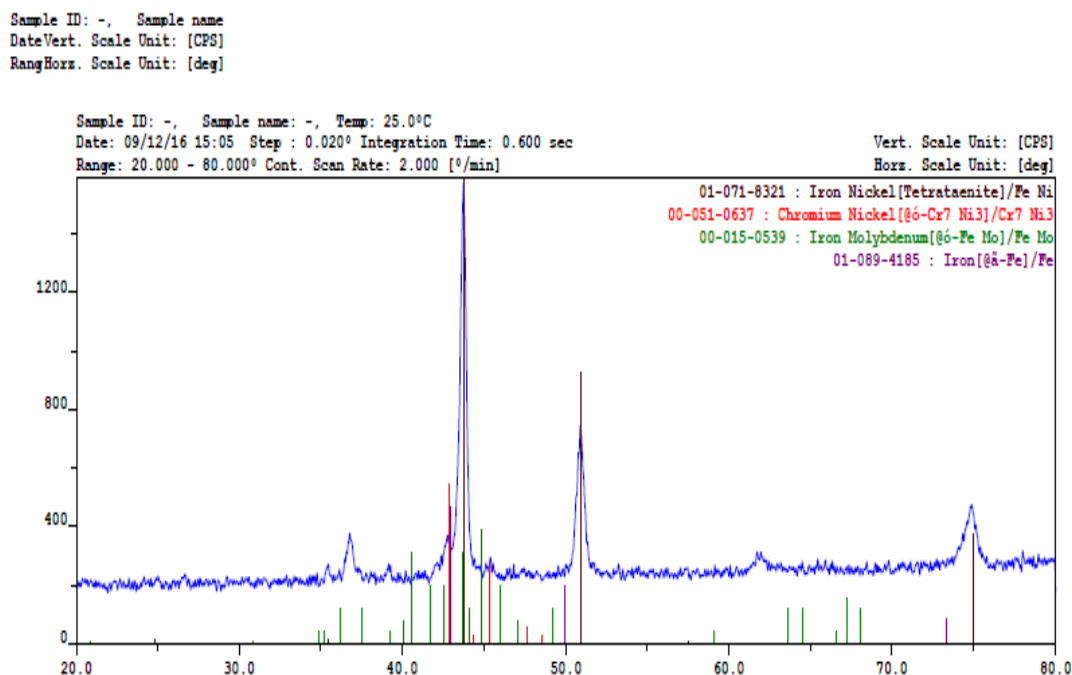


Рис. 4. Дифрактограмма ВЖЛ-14

Оксидная плёнка неизбежно появляется во время процесса электроэрозионной обработки. Она защищает частицы сплава от взаимодействия со средой диэлектрика, способствуя получению порошка исходного сплава.

Таким образом, проведенные исследования показали, что химический состав порошковых отходов повторяет состав исходного металлического сплава, но с некоторыми изменениями в фазовом составе. В результате электроэрозии, входящие в состав химические элементы вступают в реакции со средой диэлектрика, образуя оксиды. Сами частицы представляют собой гранулы шарообразной формы.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Лазаренко Б. Р. Современный уровень развития электроискровой обработки металлов и некоторые научные проблемы в этой области /

- Б. Р. Лазаренко, Н. И. Лазаренко. Электроискровая обработка металлов. Москва : Ан СССР, 1962. С. 9–37.
2. Лазаренко Б. Р. Электрическая эрозия металлов / Б. Р. Лазаренко, Н. И. Лазаренко. Москва : Госэнергоиздат, 1944. 28 с.
  3. Марусина В. И. Фазовый и гранулометрический состав карбидов, образующийся при электроэрозионной обработке / В. И. Марусина, Г. А. Исхакова, Х. М. Рахимбеков // Порошковая металлургия. Киев. 1992. № 10. С. 61–64.
  4. Машкина М. Н. Изменение структуры и фазового состава ВК8 при электроэрозионном диспергировании / М. Н. Машкина // Материалы и упрочняющие технологии-2000 : сб. публикаций IX Российской научно-технической конференции. Курск: Курск ГТУ, 2001. С. 90–92.
  5. Рентгенографический и электронно-микроскопический анализ / С. С. Горелик [и др.]. Москва : Металлургия, 1970. 127 с.
  6. Фоминский Л. П. Структура металлических порошков, получаемых электроэрозионным диспергированием в грануляторах / Л. П. Фоминский, М. В. Левчук, В. П. Тарабрина // Порошковая металлургия. 1987. № 4. С. 1–6.

***В. О. Агафонова<sup>\*</sup>, Е. В. Иванова***

Самарский национальный исследовательский университет имени академика  
С. П. Королева, г. Самара

<sup>\*</sup>*estsolidvi@gmail.com*

Научный руководитель – канд. техн. наук *А. В. Кириллова*

**ИССЛЕДОВАНИЕ СВОЙСТВ КОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ  
АЛЮМИНИЕВОГО СПЛАВА, ПОЛУЧЕННЫХ  
МОДИФИЦИРОВАНИЕМ НАНОПОРОШКОВЫМИ  
ПСЕВДОЛИГАТУРАМИ  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ,  $\text{AlN}$**

Работа заключалась в исследовании свойств дисперсно-упрочненных композиционных материалов на основе алюминия. В качестве дисперсных частиц применяется нитрид кремния  $\text{Si}_3\text{N}_4$  и нитрид алюминия  $\text{AlN}$  размером частиц 150 нанометров. Слитки, полученные в результате модифицирования, подвергались микроисследованию, исследованию на твердость и испытанию на разрыв. Результаты, полученные в ходе механических испытаний, а также микроструктуры образцов представлены в работе и свидетельствуют об упрочнении исходного сплава.

*Ключевые слова:* ковпозиты, дисперсия, лигатура, модифицирование, нанопорошок, микроструктура.

***V. O. Agafonova, E. V. Ivanova***

**INVESTIGATION OF THE PROPERTIES OF COMPOSITES BASED  
ON ALUMINUM ALLOY, OBTAINED BY MODIFICATION WITH  
NANOPOWDER PSEUDOLIGATURES  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ,  $\text{AlN}$**

The work consisted in investigating the properties of dispersion-hardened composite materials based on aluminum. Silicon nitride  $\text{Si}_3\text{N}_4$  and  $\text{AlN}$  aluminum nitride with a particle size of 150 nanometers are used as dispersed particles. The ingots obtained as a result of the modification were subjected to microanalysis, hardness and tensile testing. The results obtained in the course of mechanical tests, as well as the microstructure of the samples are presented in the work and indicate the hardening of the initial alloy.

*Keywords:* composites, dispersion, ligature, modification, nanopowder, microstructure.

Композиционными называют сложные материалы, в состав которых входят сильно отличающиеся по свойствам нерастворимые или малорастворимые друг в друге компоненты, разделённые в материале ярко выраженной границей.

Композиционным материалам присущи свойства, которыми не обладают отдельные компоненты, входящие в их состав.

Для оптимизации свойств выбирают компоненты с резко отличающимися, но дополнительными друг от друга свойствами. В качестве упрочняющих фаз используются частицы тугоплавких фаз – оксидов, нитридов, боридов, карбидов [1]. В нашей работе мы используем нанопорошки  $\text{Si}_3\text{N}_4$ ,  $\text{AlN}$ .

$\text{Si}_3\text{N}_4$  – это тугоплавкое соединение с преимущественно ковалентным типом межатомной связи [2]. Нитрид алюминия ( $\text{AlN}$ ) относится к диэлектрикам, что в сочетании с достаточно высокой химической стойкостью в биохимических средах, даёт основание считать его перспективным биоинженерным материалом [3].

Так как жидкофазные технологии получения композиционных материалов обладают рядом преимуществ по сравнению с другими методами получения композиционных материалов и являлись более эффективными в нашей работе, мы провели экспериментальные плавки при различных температурах и времени выдержки [4].

Таблица 1

Режимы плавления

№ обр.	Вес Al, г	Состав лигатуры	Температура плавления, °C	Выдержка, час
1	100	Cu + 2,5 % $\text{AlN}$	850	0,5
2	100	Cu + 2,5 % $\text{Si}_3\text{N}_4$	850	0,5
3	100	Ni + 2,5 % $\text{AlN}$	850	0,5
4	100	Ni + 5 % $\text{AlN}$	850	0,5

Полученные образцы подвергались исследованию микроструктуры, испытаниям на твердость, механическим испытаниям. Исследование микроструктуры проводилось на металлографическом микроскопе при увеличении 500.

В результате исследования микроструктуры полученных слитков, оказалось, что лигатура выделяется по границам зерен алюминия, что видно из рис. 1.

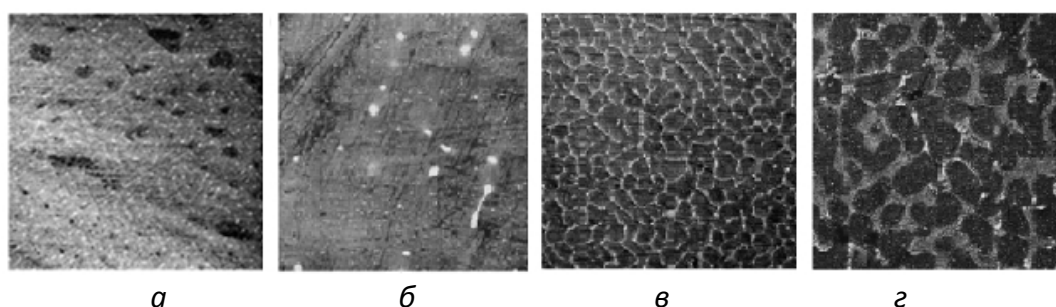


Рис. 1. Микроструктура полученных слитков: *а* – образец № 1; *б* – образец № 2, *в* – образец № 3; *г* – образец № 4

Для оценки механических свойств полученных образцов, нами были проведены испытания на одноосное растяжение.

Результаты механических испытаний представлены в табл. 2.

Таблица 2

Результаты расчетов механических испытаний

№ обр.	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\sigma_s$ , МПа	$\delta$ , %	$\varphi$ , %
1	132	190	17,5	34
2	146	179	9	12
3	139	179	10	14,4
4	119	239	11,3	12

По результатам механических испытаний можно сказать, что произошло упрочнение материала.

Следующим этапом работы являлось испытание на твёрдость по методу Роквелла. Исследование проводилось по торцевой поверхности образцов с шагом 5 мм по шкале В с нагрузкой 100 кг стальным шариком. Результаты испытания на твердость представлены на рис. 2.

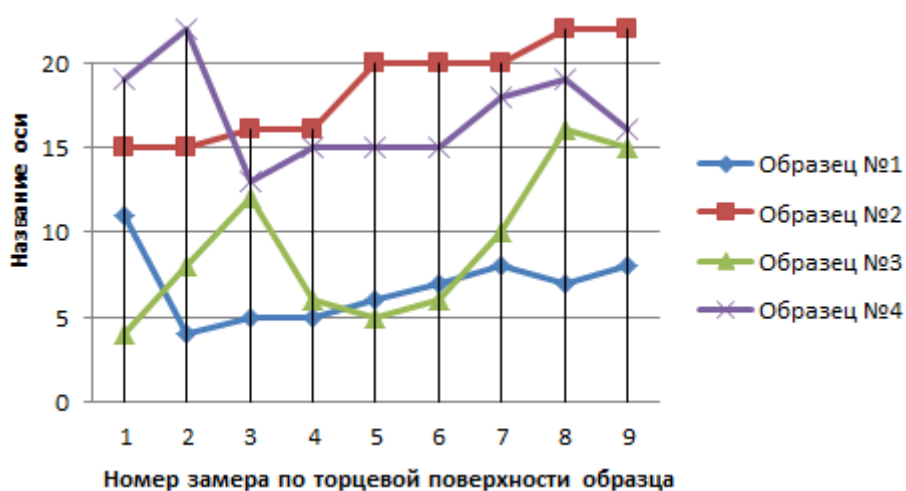


Рис. 2. График замеров твёрдости

Применение таких композиционных материалов позволяет уменьшить массу деталей и элементов конструкций на 15–50 % в 1,5–2 раза повысить их жесткость и усталостные характеристики [5].

## ЛИТЕРАТУРА

1. Тялина Л. Н. Новые композиционные материалы / Л. Н. Тялина, А. М. Минаев, В. А. Пручкин. Тамбов : Изд-во ГОУ ВПО ТГТУ, 2011. 80 с.



2. Лысенков А. С. Конструкционная керамика на основе нитрида кремния с добавкой алюминатов кальция: дисс. ... канд. техн. наук / А. С. Лысенков. Москва, 2014. 139 с.
3. Агуреев А. В. Разработка способов получения алюмокомпозитов высокой прочности модифицированием микродобавками порошков наноксидов: дисс... канд. техн. наук / А. В. Агуреев. Москва, 2015. 153 с.
4. Агафонова В. О. Исследование влияния состава лигатуры Cu–SiC на процесс получения нового жаропрочного алюминиевого композиционного материала / В. О. Агафонова, Е. В. Иванова, А. В. Кириллова // Ин-т металлургии и материаловедения им. А. А. Байкова РАН. Москва : ООО «Ваш полиграфический партнер», 2015. 427 с.
5. Березовский В. В. Применение дисперсно-упрочненных металлических композиционных материалов на основе алюминиевого сплава, армированного частицами SiC в авиационной промышленности / В. В. Березовский // Новости материаловедения. Наука и техника, 2013. № 4. С. 1–11.

**Ю. А. Авдеева<sup>1</sup>, И. В. Лужкова<sup>1</sup>, Ю. С. Городецкая<sup>2\*</sup>, А. Н. Ермаков<sup>1</sup>,  
Л. Х. Аскарова<sup>2</sup>, Ю. Г. Зайнулин<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>ФГБУН Институт химии твердого тела УрО РАН, г. Екатеринбург

<sup>2</sup>Уральский федеральный университет имени первого Президента России

Б. Н. Ельцина, г. Екатеринбург

\*yulenska1196@mail.ru

## **ФОРМИРОВАНИЕ НАНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ КОМПОЗИЦИЙ TiC–Co И TiN–Co В ПРИСУТСТВИИ МОЛИБДЕНА И ЕГО ТУГОПЛАВКИХ СОЕДИНЕНИЙ В ПРОЦЕССЕ ПЛАЗМЕННОЙ ПЕРЕКОНДЕНСАЦИИ**

Методом плазменной переконденсации в низкотемпературной азотной плазме были переработаны механические смеси микрокристаллических порошков TiC–Co и TiN–Co. В ходе рентгенографических и электронно-микроскопических исследований, в том числе с использованием методик EDX-анализа, было установлено, что нанокристаллические композиции имеют радиально-слоевую структуру, состоящую из тугоплавкого ядра и металлической оболочки, содержащей кобальт, молибден или их взаимные твердые растворы.

*Ключевые слова:* плазменная переконденсация, «core-shell»-структура, карбид титана, нитрид титана, кобальт, молибден, рентгенофазовый анализ, растровая электронная микроскопия.

***Yu. A. Avdeeva, I. V. Luzhkova, Yu. S. Gorodetskaya, A. N. Ermakov,  
L. Kh. Askarova, Yu. G. Zainulin***

## **FORMATION OF NANOCRYSTALLINE COMPOSITIONS TiC–Co AND TiN–Co IN THE PRESENCE OF MOLYBDENUM AND ITS REFRACTORY COMPOUNDS DURING PLASMA RECONDENSATION**

Mechanical mixtures of microcrystalline TiC–Co and TiN–Co powders were processed by plasma recondensation in a low-temperature nitrogen plasma. It was found that during radiographic and electron microscopic studies, including using EDX analysis techniques, nanocrystalline compositions have a radial layer structure consisting of a refractory core and a metallic shell containing cobalt, molybdenum or their mutual solid solutions.

*Keywords:* plasma recondensation, "core-shell"-structure, titanium carbide, titanium nitride, cobalt, molybdenum, X-ray phase analysis, scanning electron microscopy.

Радиально-слоевые или «core-shell»-структуры нанокристаллического диапазона на основе тугоплавких соединений титана, ванадия и молибдена представляют интерес с точки зрения их применимости в различных областях науки и техники. В качестве избранных технических направлений использования можно назвать литейное производство, где «core-shell»-структуры используются в качестве нерастворимых модификаторов при внепечной обработке металлургических расплавов [1], а также применение в качестве присадок к моторным маслам, что позволяет залечивать износ боковых стенок цилиндров двигателей внутреннего сгорания. С научной точки зрения, радиально-слоевые нанокристаллические композиции представляют интерес в плане структурно-морфологических особенностей строения. Так, например, плазмохимическая переработка порошкового никелида титана в низкотемпературной азотной плазме по схеме плазменной переконденсации позволила обеспечить формирование нанокристаллических частиц нитрида титана TiN, покрытых металлическим никелем [2]. Ввиду того, что по данным [3] угол смачивания нитрида титана расплавом никеля равен  $120^0$ , т. е. смачиваемость практически отсутствует, рентгенографически и электронно-микроскопически с применением трансмиссионных технологий был зафиксирован сложный титан-никелевый нитрид  $Ti_{0,7}Ni_{0,3}N$ , описанный в работе [4], который в соответствии с теорией Чалмерса [5] располагается на межфазной границе нитрида титана и никеля.

Таблица 1

Результаты РФА фракций TiN–Co и TiC–Co, полученных в ходе плазменной переконденсации в низкотемпературной азотной плазме

фракция	Состав, пр. гр., параметры	фракция	Состав, пр. гр., параметры
TiN-Co(c)	Mo <sub>2</sub> C (P63/mmc), 0,74 масс%, a = 2,9452, c = 4,6324 Mo (Im-3m), 5,79 масс%, a = 3,1461 TiO <sub>2</sub> (Pmnm), 6,35 масс%, a = 4,5967, c = 2,9504 Ti <sub>0,7</sub> Co <sub>0,3</sub> N (P-6m2), 0,08 масс%, a = 2,9373, c = 2,9109 Co (Fm-3m), 31 масс%, a = 3,5381 Ti <sub>0,7</sub> Ni <sub>0,3</sub> N (P-6m2), 3,34 масс%, a = 2,9413, c = 2,8922 TiN (Fm-3m), 52,70 масс%, a = 4,2361	1TiC-Co(c)	Co (Fm-3m), 18,21 масс%, a = 3,5475 TiN (Fm-3m), 40,92 масс%, a = 4,2433 Ti <sub>0,7</sub> Co <sub>0,3</sub> N (P-6m2), 1,14 масс%, a = 2,9394, c = 2,9083 Mo (Im-3m), 9,15 масс%, a = 3,1603 Mo <sub>2</sub> C (P63/mmc), 30,58 масс%, a = 2,9897, c = 4,7260
TiN-Co(f)	Mo <sub>2</sub> C (P63/mmc), 3,34 масс%, a = 2,9940, c = 4,7310 Mo (Im-3m), 4,03 масс%, a = 3,1459 TiO <sub>2</sub> (Pmnm), 17,18 масс%, a = 4,5951, c = 2,9593 Co (Fm-3m), 56,88 масс%, a = 3,5454 Ti <sub>0,7</sub> Ni <sub>0,3</sub> N (P-6m2), 0,60 масс%, a = 2,9563, c = 2,8647 TiN (Fm-3m), 17,96 масс%, a = 4,2412	1TiC-Co(f)	Co (Fm-3m), 35,01 масс%, a = 3,5429 TiN (Fm-3m), 50,33 масс%, a = 4,2353 Ti <sub>0,7</sub> Co <sub>0,3</sub> N (P-6m2), 0,02 масс%, a = 2,9404, c = 2,9003 Mo (Im-3m), 3,01 масс%, a = 3,1534 Mo <sub>2</sub> C (P63/mmc), 6,47 масс%, a = 2,9893, c = 4,7249 TiO <sub>2</sub> (Pmnm), 5,16 масс%, a = 4,5943, c = 2,9568
1TiN-Co(c)	Mo <sub>2</sub> C (P63/mmc), 3,84 масс%, a = 2,9624, c = 4,7122 Mo (Im-3m), 5,46 масс%, a = 3,1449 TiO <sub>2</sub> (Pmnm), 7,43 масс%, a = 4,5858, c = 2,9598 Ti <sub>0,7</sub> Co <sub>0,3</sub> N (P-6m2), 0,43 масс%, a = 2,9429, c = 2,9095 Co (Fm-3m), 28,50 масс%, a = 3,5404 Ti <sub>0,7</sub> Ni <sub>0,3</sub> N (P-6m2), 0,68 масс%, a = 3,0400, c = 2,7910 TiN (Fm-3m), 53,66 масс%, a = 4,2387	2TiC-Co(c)	Co (Fm-3m), 21,54 масс%, a = 3,5381 TiN (Fm-3m), 43,13 масс%, a = 4,2317 Ti <sub>0,7</sub> Co <sub>0,3</sub> N (P-6m2), 7,37 масс%, a = 2,9659, c = 2,8849 Mo (Im-3m), 5,61 масс%, a = 3,1404 Mo <sub>2</sub> C (P63/mmc), 22,34 масс%, a = 2,9636, c = 4,7776
1TiN-Co (f)	Mo <sub>2</sub> C (P63/mmc), 0,97 масс%, a = 2,9896, c = 4,7331 Mo (Im-3m), 1,97 масс%, a = 3,1458 TiO <sub>2</sub> (Pmnm), 23,65 масс%, a = 4,5941, c = 2,9554 Co (Fm-3m), 65,64 масс%, a = 3,5446 TiN (Fm-3m), 7,77 масс%, a = 4,2374	1TiC-Co(f)	Co (Fm-3m), 24,30 масс%, a = 3,5416 TiN (Fm-3m), 42,96 масс%, a = 4,2312 Ti <sub>0,7</sub> Co <sub>0,3</sub> N (P-6m2), 3,71 масс%, a = 2,9541, c = 2,9009 Mo (Im-3m), 0,95 масс%, a = 3,1433 Mo <sub>2</sub> C (P63/mmc), 11,57 масс%, a = 2,9667, c = 4,7802 TiO <sub>2</sub> (Pmnm), 16,52 масс%, a = 4,6452, c = 2,9662

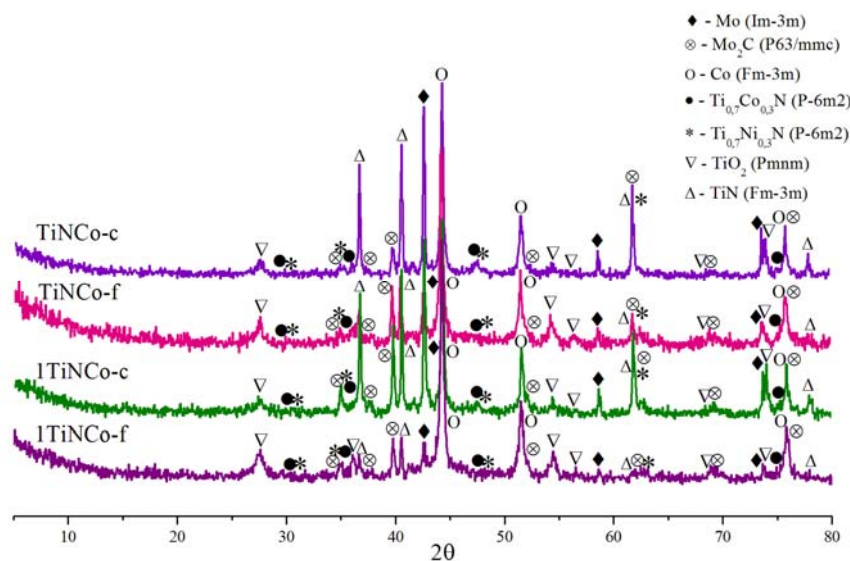


Рис. 1. Рентгенограммы фракций TiN–Co, полученных в результате плазменной переконденсации в низкотемпературной азотной плазме

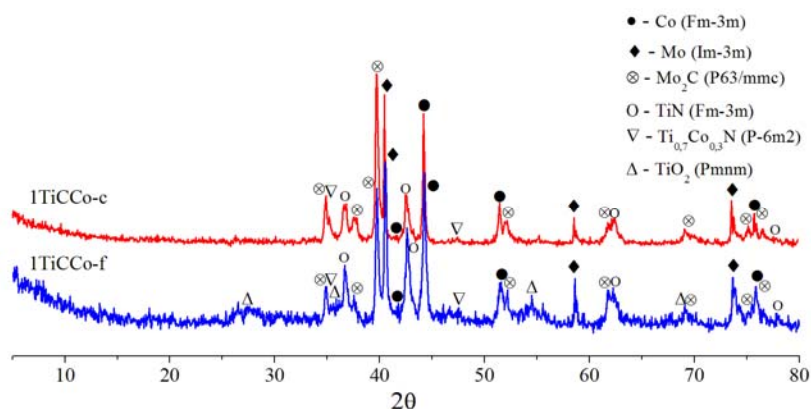


Рис. 2. Рентгенограммы фракций TiC–Co, полученных в результате плазменной переконденсации в низкотемпературной азотной плазме

В настоящей работе предпринята попытка плазменной переконденсации в низкотемпературной азотной плазме механических смесей на основе карбида и нитрида титана с кобальтом с целью формирования «core-shell»-наноструктур TiC–Co и TiN–Co.

В процессе аттестации полученных нанокomпозиций по данным рентгенографии (рис. 1, 2, табл. 1) и растровой электронной микроскопии было показано, что все фракции содержат металлический молибден (пр.гр. Fm–3m) и его карбид Mo<sub>2</sub>C гексагональной модификации (пр.гр. P63/mmc). При этом, электронно-микроскопически с помощью EDX-анализа (рис. 3, 4) было отмечено высокое содержание молибдена, значительно превышающее как титан, так и кобальт, и фактически полное отсутствие углерода и азота в полученных образцах.

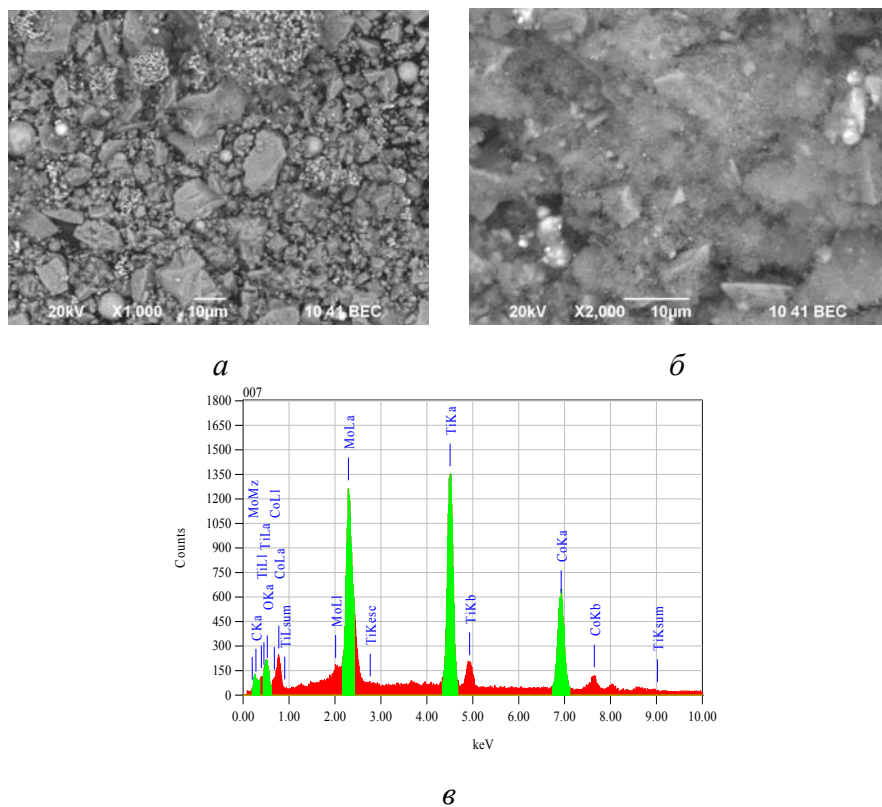


Рис. 3. Результаты EDX-анализа фракций TiC–Co, полученных в результате плазменной переконденсации в низкотемпературной азотной плазме: *а* – 1TiCCo-с, *б*, *в* – 2TiCCo-f

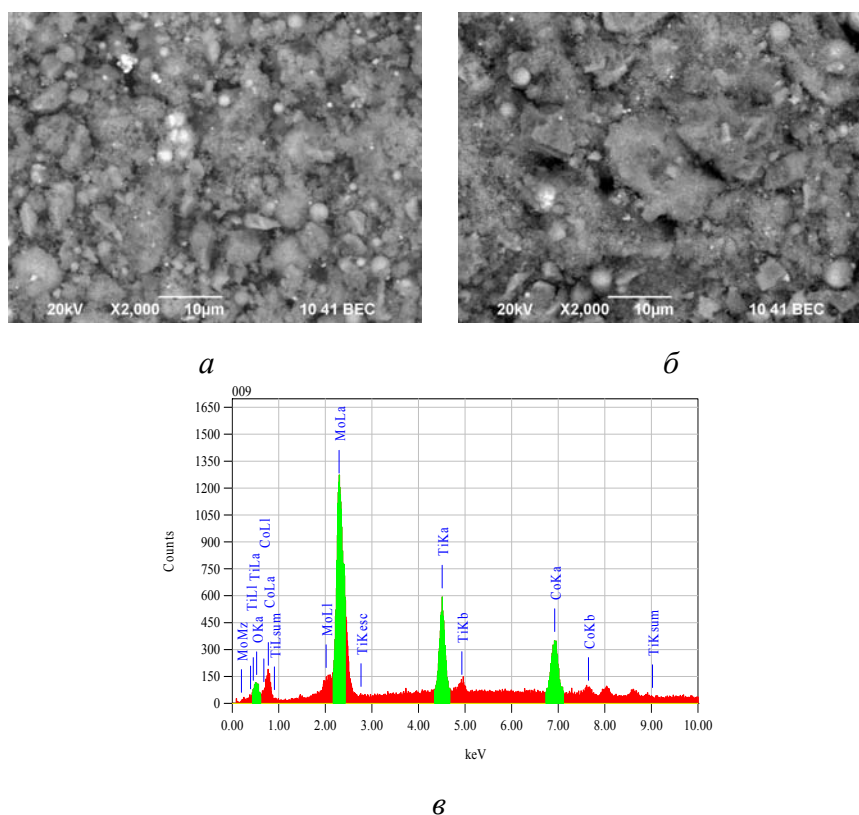


Рис. 4. Результаты EDX-анализа фракций TiN–Co, полученных в результате плазменной переконденсации в низкотемпературной азотной плазме: *а* – 2TiNCo-с, *б* – 1TiNCo-f, *в* – 2TiNCo-f

Представленный факт говорит о том, что в процессе плазменной переконденсации, где скорость охлаждения в закалочной камере достигает  $10^5$  °C/с, произошло формирование тугоплавких соединений титана в виде карбида или нитрида соответственно, а далее на их поверхности, несмотря на высокую скорость кристаллизации, происходит нарастание слоев карбида молибдена Mo<sub>2</sub>C (пр.гр. P63/mmc), металлического молибдена (пр.гр. Im-3m) и кобальта (пр.гр. Fm-3m). Указанная последовательность фазообразования характеризуется понижением температуры кристаллизации вышеуказанных фазовых составляющих от центра наночастицы к ее краю.

*Авторы выражают благодарность канд. техн. наук Э. К. Добринскому (ФГУП ГНИИХТЭОС) за помощь в проведении экспериментов по плазменной переконденсации механической смеси TiN–Co и TiC–Co.*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Упрочнение металлических полимерных и эластомерных материалов ультрадисперсными порошками плазмохимического синтеза. Т. 14. Низкотемпературная плазма / М. Ф. Жуков [и др.]. Новосибирск : Наука; Сибирская издательская фирма РАН, 1999. 312 с.
2. Особенности фазообразования в системе TiN–Ni после плазмохимической обработки никелида титана и спекания полученной композиции / А. Н. Ермаков [и др.] // Материаловедение. № 3. 2011. С. 34–38.
3. Косолапова Т. Я. Свойства, получение и применение тугоплавких соединений. Справочное издание / Т. Я. Косолапова. Москва : Металлургия, 1986. 928 с.
4. Schönberg N. The tungsten carbide and nickel arsenide structures / N. Schönberg // Acta Metallurgica. 1954. Vol. 2. P. 427–432.
5. Чалмерс Б. Теория затвердевания / Б. Чалмерс. Москва : Металлургия, 1968. 289 с.

***Р. М. Шамсутдинов, С. Л. Демаков\*, И. Н. Кириллова,  
Ф. В. Водолазский***

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

\* *demakof@mail.ru*

## ФАЗОВЫЙ СОСТАВ ИНТЕРМЕТАЛЛИДНОГО КОМПОЗИТА СИСТЕМЫ Ti–Nb–Al

Изучена возможность получения интерметаллидных композитов системы Ti–Nb–Al методом искрового плазменного спекания. Материалом служили фольги сплава ВТИ4 и Al. Синтез производился в два этапа: I этап, 600 °С, выдержки 0, 2, 6 часов; II этап, 900–1100 °С, 0,5 часа. В работе приведены микроструктуры, концентрационные профили перераспределения элементов, фазовый состав композитов. Получена высокая сплошность соединения при отсутствии трещин. Продемонстрирована возможность регулирования фазового состава за счет механического введения алюминия в ходе спекания.

*Ключевые слова:* искровое плазменное спекание, интерметаллиды, композиционные материалы.

***R. M. Shamsutdinov, S. L. Demakov, I. N. Kirillova, F. V. Vodolazsky***

## THE PHASE CONTENT OF INTERMETALLIC OF Ti–Nb–Al SYSTEM COMPOSITE

The possibility of obtaining the intermetallic composites of the system Ti–Nb–Al by spark plasma sintering was studied. The material was a foil of alloy VTi4 and Al. The synthesis was carried out in two stages: stage 1  $T = 600\text{ }^{\circ}\text{C}$ , exposure for 0, 2 or 6 h; stage 2  $T = 900\text{...}1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 0,5 h. Microstructures, the concentration profiles of elements, the phase composition of samples are presented. The possibility of controlling phase composition through the mechanical introduction of aluminium during sintering was demonstrated.

*Keywords:* spark plasma sintering, intermetallic, composite materials.

Материалом исследования служил интерметаллидный композит, полученный методом плазменно-искрового спекания (SPS) фольг толщиной 80 мкм из сплава ВТИ–4(Ti–21Al–25Nb–1V) и промышленной алюминиевой фольги толщиной 6 мкм. Пакеты компоновались чередующимися 4 интерметаллидными и 5 алюминиевыми фольгами, диаметром 20 мм. Процесс спекания проводился на установке FCT-1025. Материалом оснастки служил высокопрочный графит.

Маркировка образцов и режимы синтеза представлены в таблице. Синтез производился в два этапа. Температура первого этапа была ниже температуры плавления алюминия и составляла 600 °С, время выдержки: 0, 2 и 6 ч. Второй этап отжига производился при температурах 900; 950; 1000; 1100 °С – ниже и выше  $T_{\text{пл}}$  сплава ВТИ-4. Время выдержки – 0,5 ч. Методами исследования служили растровая электронная микроскопия и микрорентгеноспектральный анализ.

После первого этапа синтеза структура представлена тремя основными слоями (рис. 1, *а, б* и 2, *б, в*, для образцов 2Н и 6Н), два из которых представляют собой исходные компоненты, третий, вновь образованный промежуточный слой,  $\epsilon$ -фаза ( $\text{Al}_3\text{Ti}$ ). Других диффузионных слоев обнаружено не было. В зависимости от времени обработки толщина промежуточного слоя увеличивается от 2 мкм при 2 часовой выдержке, до 4 мкм при 6 часовой выдержке. На рисунках обозначено первоначальное положение границы  $\text{Al}$ /интерметаллид располагающейся на расстоянии 3 мкм от центра исходной алюминиевой фольги.

Таблица

Режимы синтеза

Номер образца	Маркировка	I этап		II этап	
		Температура, °С	Время, мин	Температура, °С	Время, мин
1	0Н-9	—	—	900	30
2	0Н-9,5	—	—	950	
3	0Н-10	—	—	1000	
4	0Н-11	—	—	1100	
5	2Н	600	120	—	—
6	6Н		360		
7	2Н-9	600	120	900	30
8	2Н-9,5			950	
9	2Н-10			1000	
10	2Н-11			1100	
11	6Н-9	600	360	900	
12	6Н-9,5			950	
13	6Н-10			1000	
14	6Н-11			1100	

Из представленных данных на рис. 2 следует, что полного усвоения  $\text{Al}$  (его превращения в  $\text{Al}_3\text{Ti}$ ) даже при максимальной выдержке – 6 часов не произошло. На втором этапе синтеза, согласно структурным данным и расчетам взаимных потоков  $\text{Al}, \text{Ti}, \text{Nb}$  через границу образцов 2Н-9 и 2Н-10 следует, что положение первоначальной границы перемещается в сторону центра алюминиевой фольги. Данный факт показывает, что  $\text{Al}$  вытесняется на боковую поверхность образца, что подтвердилось визуально при



осмотре синтезированных образцов. При этом 6 часовая предварительная выдержка (рис. 2) практически полностью предотвращает вывод Al на боковую поверхность в ходе протекания второго этапа. Очевидно выводу Al препятствуют выделения интерметаллидных частиц, располагающиеся за границей фронта Al/Al<sub>3</sub>Ti, пример такой частицы обозначен стрелкой. В условиях присутствия давления на втором этапе и неполного вывода Al была обеспечена практически 100 % сплошность соединения.

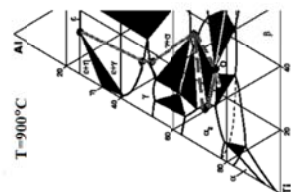
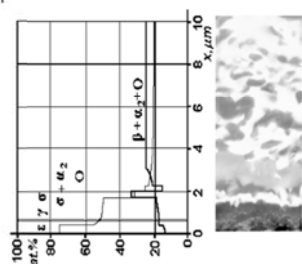
На втором этапе увеличивается количество диффузионных слоев, связанное с перераспределением Al и Nb, порядок их возникновения можно проследить по изотермическим сечениям тройной диаграммы Ti–Al–Nb [1]. Нами зафиксировано наличие фаз  $\epsilon$ ,  $\gamma$ ,  $\beta_0$ ,  $\sigma$ ,  $\alpha_2$ . Существование  $\tau$ -фазы не подтверждено.

По мере повышения температуры диапазон крайних точек состава постепенно сужается, из-за усреднения элементного состава. При температуре 1000 °С, образец 6Н-10, зафиксировано значительное диффузионное перераспределение которое привело к уменьшению диффузионных фазовых слоев. Можно наблюдать отдельные прерывистые выделения  $\sigma$ -фазы. Несмотря на высокую скорость перераспределения, использование температур 1000 °С и выше неприемлемо из-за интенсивного роста зерна  $\beta$ -фазы интерметаллида. По-видимому более рациональна температура – 950 °С, которая находится ниже  $T_m$  [2].

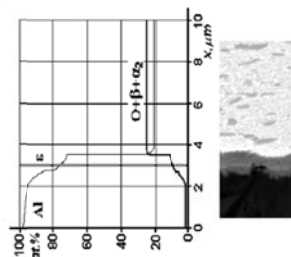
На рис. 3 приведены политермические диаграммы фазового состава синтезированных образцов для различных времен выдержек первого этапа. Обращает на себя внимание, что количество экструдированного алюминия в случае одноэтапного и двух этапного двухчасового режимов (рис. 3, а и б соответственно) почти одинаково.

В случае образцов с двухчасовой выдержки и при отсутствии выдержки до 950 °С имеются незначительные отличия. С увеличением температуры фазы с большим содержанием алюминия постепенно растворяются. Состав по алюминию и ниобию выравнивается. Диаграмма шестичасовой выдержки (рис. 3, г) имеет существенные отличия. При 950 °С область неомогенности остается существенной ( в пределах 7...8 мкм). Сохраняется большое количество Al<sub>3</sub>Ti, это не может считаться удовлетворительным. Образовавшийся сплошной слой должен приводить к охрупчиванию материала и является опасным. Общими для диаграмм с двумя- и шестичасовыми выдержками является сохранение выделений  $\gamma$ ,  $\sigma$  и  $\epsilon$  фаз даже при высоких температурах синтеза. Для устранения подобных потенциально опасных структур необходим дополнительный диффузионный отжиг. Для повышения пластичности необходимым условием является отсутствие сплошных монослоев хрупких фаз ( $\epsilon$ - и  $\sigma$ -фаз). Этим условиям отвечают образцы, синтезированные при температуре выше 1000 °С, но они имеют крупное  $\beta$ -зерно, а это отрицательно сказывается на пластичности.

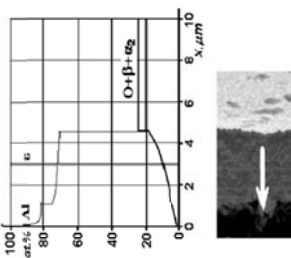
Образец 0Н-9  
—Al —Nb



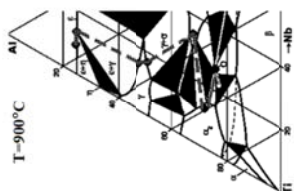
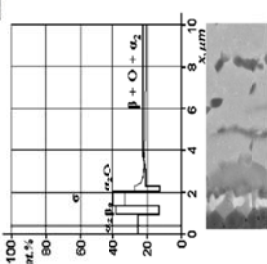
Образец 2Н



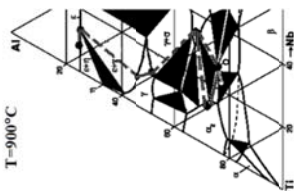
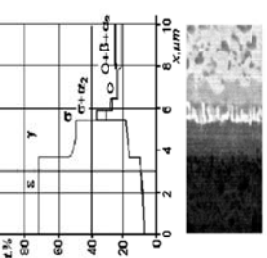
Образец 6Н



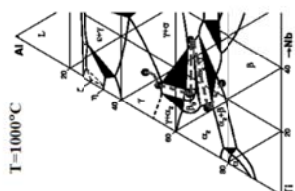
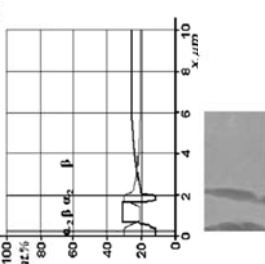
Образец 0Н-9.5



Образец 6Н-9



Образец 0Н-10



Образец 6Н-10

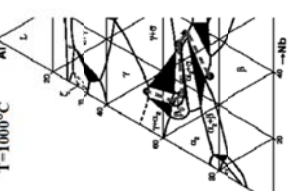
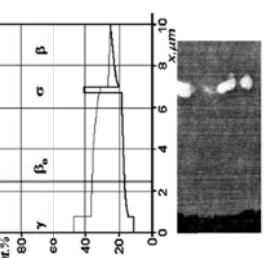


Рис. 1. Микроструктура, концентрационные кривые, изотермические разрезы диаграммы [3] для синтезированных образцов:  
а – 0Н-9; б – 2Н; в – 6Н; г – 0Н-9.5; д – 2Н-9; е – 6Н-9; ж – 0Н-10; з – 2Н-10;  
и – 6Н-10

Очевидно необходим дополнительный отжиг при температуре 950 °С – близкой к  $T_{пп}$ , направленный на удаление (фрагментацию)  $\epsilon$ -фазы.

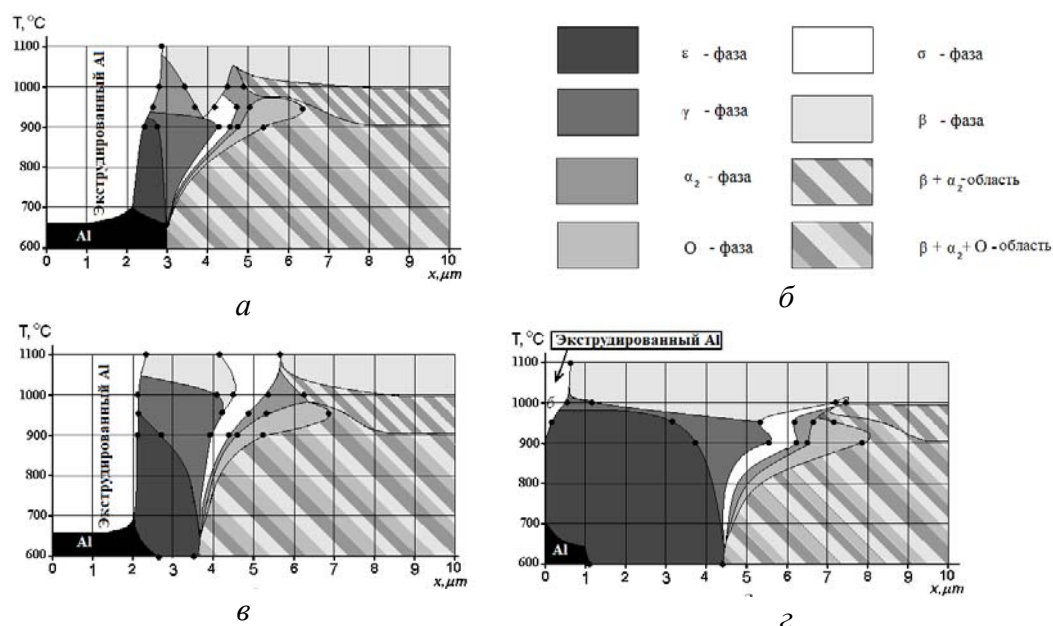


Рис. 2. Диаграммы изменения фазового состава синтезированных образцов для различных времен выдержек на I этапе:  
а – 0 часов; б – 2 часа; в – 6 часов

В серии экспериментов показана возможность синтез композита, состоящего из чередующихся слоев различных интерметаллидных фаз титана ниобия алюминия. Получена высокая сплошность соединения при отсутствии трещин. Продемонстрирована возможность регулирования фазового состава за счет механического введения алюминия в ходе спекания и изменения температуры синтеза. Предложена температура второго этапа – 950 °С ( $T_{пп} - 30$ ). Режимы синтеза могут регулироваться в зависимости от установленных требований. Установлена необходимость увеличения времени второго этапа синтеза или введения дополнительного отжига при температуре второго этапа.

*Работа выполнена при поддержке гранта Президента Российской Федерации МК-7923.2016.8*

## ЛИТЕРАТУРА

1. Hellwig A. Phase equilibria in the Al-Nb-Ti system at high temperatures / A. Hellwig, M. Palm, G. Inden // *Intermetallics* 6. 1998. P. 79–94.
2. Юровских А. С. Особенности структуры и фазового состава слоистого материала  $Ti_{23}Al_{26}Nb/Al$ , полученного методом плазменно-искрового спекания / А. С. Юровских, С. Л. Демаков, Е. В. Колосова // *МиТОМ*. 2012. № 9. С. 35–40.
3. Raghavan V. Al–Nb–Ti (Aluminum–Niobium–Titanium) / V. Raghavan // *Journal of Phase Equilibria and Diffusion*. 2010. Vol. 31, № 1. P. 47–52.

**А. А. Илларионова**

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

*\* illarionovag@mail.ru*

Научный руководитель – доц., канд. техн. наук А. Г. Илларионов\*

## АЛЮМИНИЕВЫЕ СПЛАВЫ И ИХ ТЕРМООБРАБОТКА ПРИ ИСПОЛЬЗОВАНИИ В СТРОИТЕЛЬНЫХ КОНСТРУКЦИЯХ

Рассмотрены виды термообработки алюминиевых сплавов, используемых для строительных конструкций различного назначения с заданным комплексом свойств.

*Ключевые слова:* алюминиевые сплавы, термическая обработка, строительные конструкции, свойства, применение.

**A. A. Illarionova**

## ALUMINUM ALLOYS AND THEIR HEAT TREATMENT WHEN USED IN CONSTRUCTION DESIGNS

The types of heat treatment of aluminum alloys used for building structures of various purposes with the required complex of properties are considered.

*Keywords:* aluminum alloys, heat treatment, building structures, properties, application.

Алюминий и его сплавы занимают первое место по объему производства среди цветных металлов [1]. Одной из основных областей применения алюминиевых сплавов, наряду с авиационно-космической техникой, электротехникой, пищевой промышленностью, машиностроением, является их использование в строительных конструкциях [2]. В качестве основных преимуществ применения в строительстве алюминиевых сплавов по сравнению со сплавами на основе железа (сталями и чугунами) является более низкая плотность ( $2,7 \text{ г/см}^3$  (Al) против  $7,8 \text{ г/см}^3$  (Fe)), высокая удельная прочность ( $\sigma/\text{гг}$ ), коррозионная стойкость, тепло- и электропроводность (в 3–4 раза выше чем у железа), хладостойкость, технологичность в изготовлении (технологическая пластичность, и в ряде случаев свариваемость). Но при этом алюминий и его сплавы по сравнению со сплавами железа имеют более высокую стоимость (примерно в 5–6 раз дороже), низкий модуль упругости (в 3 раза меньше, чем у железа) и предел выносливости при знакопеременных нагрузках, что ограничивает объемы их использования в конструкциях.

В строительных конструкциях преимущественно используются деформируемые алюминиевые сплавы, литейные сплавы практически не применяются из-за более низких прочностных и усталостных характеристик. Деформируемые алюминиевые сплавы для обеспечения требуемого уровня свойств, в первую очередь механических, подвергаются термической обработке – смягчающей в виде отжига (рекристаллизационного или дорекристаллизационного) или упрочняющей (закалка и искусственное/естественное старение) [3].

Отжиг как окончательная термическая обработка используется для термически неупрочняемых сплавов типа технического алюминия (сплав АД1), системы Al–Mn (сплав АМц) и Al–Mg (магналии – АМг2, АМг5, АМг6, АМг61). Если отжиг рекристаллизационный, обеспечивающий максимальную пластичность при невысокой прочности то в конце марки ставится буква М (АД1М), если отжиг дорекристаллизационный, частично снимающий деформационное упрочнение в сплаве, то ставится буква П (полунагартованный – АМцП).

Упрочняющая термическая обработка алюминиевых материалов для строительных конструкций используется для сплавов на основе систем: Al–Mg–Si (это авиали АД31, АД33, АД35, АВ), Al–Cu–Mg (это дуралюмины Д1, Д16), Al–Zn–Mg (это высокопрочные сплавы В92, В95). Если после закалки применяется естественное старение при комнатной температуре, то в конце марки ставится буква Т (Д1Т), а если старение искусственное на максимальную прочность при температурах выше комнатной, то ставится обозначение Т1 (АД31Т1). Режимы термической обработки сплавов приведены в табл. 1.

Таблица 1

Режимы термической обработки алюминиевых сплавов [3, 4]

Сплавы	Состояние	Режим термообработки
АД1	М	$T_{\text{отжига}} = 300 \dots 400 \text{ }^{\circ}\text{C}$ , $t = 5\text{--}30 \text{ мин}$
АМц	М	$T_{\text{отжига}} = 450 \dots 470 \text{ }^{\circ}\text{C}$ , $t = 5\text{--}30 \text{ мин}$
АМц	П	$T_{\text{отжига}} = 200 \dots 300 \text{ }^{\circ}\text{C}$ , $t = 1\text{--}3 \text{ ч}$
АМг2	М	$T_{\text{отжига}} = 350 \dots 420 \text{ }^{\circ}\text{C}$ , $t = 1\text{--}3 \text{ ч}$
АМг2	П	$T_{\text{отжига}} = 150 \dots 180 \text{ }^{\circ}\text{C}$ , $t = 1\text{--}3 \text{ ч}$
АМг5, АМг6, АМг61	М	$T_{\text{отжига}} = 310 \dots 335 \text{ }^{\circ}\text{C}$ , $t = 0,5\text{--}3 \text{ ч}$
АД31, АД33, АД35, АВ	Т	$T_{\text{закалки}} = 515 \dots 530 \text{ }^{\circ}\text{C}$ , $t = 0,25\text{--}3 \text{ ч}$ , охл. – вода, $T_{\text{старения}} = 20 \text{ }^{\circ}\text{C}$ , $t = 240\text{--}260 \text{ ч}$
АД31, АД33, АД35, АВ	Т1	$T_{\text{закалки}} = 515 \dots 530 \text{ }^{\circ}\text{C}$ , $t = 0,25\text{--}3 \text{ ч}$ , охл. – вода, $T_{\text{старения}} = 160\text{--}170 \text{ }^{\circ}\text{C}$ , $t = 10\text{--}12 \text{ ч}$
Д1, Д16	Т	$T_{\text{закалки}} = 495 \dots 510 \text{ }^{\circ}\text{C}$ (Д1) и $485 \dots 503 \text{ }^{\circ}\text{C}$ (Д16), $t = 0,25\text{--}3 \text{ ч}$ , охл. – вода, $T_{\text{старения}} = 20 \text{ }^{\circ}\text{C}$ , $t \geq 96 \text{ ч}$
В92, В95	Т	$T_{\text{закалки}} = 450 \dots 470 \text{ }^{\circ}\text{C}$ (В92) и $465 \dots 475 \text{ }^{\circ}\text{C}$ (В95), $t = 0,25\text{--}3 \text{ ч}$ , охл. – вода, $T_{\text{старения}} = 20 \text{ }^{\circ}\text{C}$ , $t \geq 72 \text{ ч}$

В зависимости от назначения алюминиевые строительные конструкции делятся на ограждающие, сочетающие несущие и ограждающие функции, и несущие. В целом назначение конструкций из алюминия шире, чем у стальных, используемых преимущественно для несущих конструкций [2].

В табл. 2 приведены алюминиевые сплавы, используемые для конструкций различного назначения.

Таблица 2

Алюминиевые сплавы для строительных конструкций [2]

Назначение конструкции	Свойства сплавов		Марка сплава	
	прочность	коррозионная стойкость	Сварные соединения	Заклепочные и болтовые соединения
Ограждающие	невысокая	высокая	АД1М, АМцМ, АМг2М, АД31Т	
Совмещающие несущие и ограждающие функции	невысокая	высокая	АМцМ, АМг2М, АД31Т	
	средняя	высокая	АМцП, АМг2П, АД31Т, АД31Т1, АД33Т, АД35Т, АВТ	
	высокая	высокая	АМг5М, АД33Т1, АД35Т	
Несущие	средняя	невысокая	–	Д1Т
		средняя и высокая	АМг5М, АМг6М, АД33Т1, АВТ1	
	высокая	невысокая	–	Д16Т, В95Т
		средняя и высокая	АМг61М, В92Т	АД35Т1, В92Т

Сопоставление данных табл. 1 и 2 показало, что если от алюминиевой строительной конструкции не требуется высокая прочность, но необходима коррозионная стойкость, то лучше всего использовать низколегированные термически неупрочняемые сплавы в отожженном состоянии или авиали после естественного старения. Для конструкций средней прочности со средней и высокой коррозионной стойкостью применяют низколегированные неупрочняемые сплавы после дорекристаллизационного отжига или высоколегированные магналии после рекристаллизационного отжига, а также авиали как после естественного, так и искусственного старения. Для обеспечения высокой прочности со средней и высокой коррозионной стойкостью используются отожженные высоколегированные магналии и термически упрочненные сплавы АД35 и В92. Если не требуется высокая коррозионная стойкость, то среднюю и высокую прочность обеспечивают естественно состаренные дуралюмины и высокопрочные сплавы алюминия.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Полмеар Я. Легкие сплавы. От традиционных до нанокристаллов / Я. Полмеар. Москва : Техносфера, 2008. 464 с.
2. Применение алюминиевых сплавов. Справочное руководство / М. Б. Альтман [и др.]. Москва : Металлургия, 1973. 408 с.
3. Колачев Б. А. Металловедение и термическая обработка цветных металлов и сплавов: учебник / Б. А. Колачев, В. И. Елагин, В. А. Ливанов. Москва : МИСИС, 1999. 416 с.
4. Колачев Б. А. Технология термической обработки цветных металлов и сплавов: учеб. пособие / Б. А. Колачев, Р. М. Габидулин, Ю. В. Пигузов. Москва : Металлургия, 1980. 280 с.

**А. А. Илларионова**

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

*\*illarionovag@mail.ru*

Научный руководитель – доц., канд. техн. наук *А. Г. Илларионов\**

## ТИТАН И ЕГО ПРИМЕНЕНИЕ В СТРОИТЕЛЬНЫХ И АРХИТЕКТУРНЫХ СООРУЖЕНИЯХ

Рассмотрены преимущества титана для использования в строительстве и архитектуре сооружений и примеры построенных с использованием титана зданий и монументов.

*Ключевые слова:* титановые сплавы, свойства, строительство, архитектура, применение.

**А. А. Illarionova**

## TITAN AND ITS APPLICATION IN BUILDING AND ARCHITECTURAL CONSTRUCTIONS

The advantages of titanium for use in construction and architecture of structures and examples of buildings and monuments constructed with use titanium are considered.

*Keywords:* titanium alloys, properties, construction, architecture, application.

Титан и его сплавы уже более сорока лет являются объектом пристального внимания материаловедов, конструкторов, архитекторов с точки зрения возможностей использования в различных видах строительных конструкций и монументальных сооружений [1–7]. Такое внимание к титану связано с наличием ряда уникальных свойств (удельная прочность, коррозионная стойкость) по которым он превосходит другие металлические материалы (чистые металлы и сплавы на основе железа, алюминия, меди, никеля, цинка и других), используемые в строительных сооружениях. К дополнительным преимуществам титана и его сплавов можно добавить возможность создания широкой цветовой палитры поверхности за счет регулирования толщины окисной пленки, в частности, при термическом воздействии (таблица).

Одним из первых титан в количестве 25 тонн был использован в СССР для облицовки 107 метрового монумента покорителям космоса на ВДНХ, воздвигнутого в 1964 году (рис. 1, а).

В настоящее время в мире для строительных сооружений титан и его сплавы наиболее широко используются в Японии, что вызвано в первую



очередь необходимостью применения при строительстве в этом островном государстве материалов коррозионно-стойких в морской воде, а титан по этим показателям существенно превосходит все широко используемые конструкционные металлы. В частности, в 2002 году на архитектурные сооружения в Японии было израсходовано 93 метрические тонны, что составляло 0,6 % всего произведенного титана [2].

Таблица

Окраска образцов технического титана, окисленного при разных температурах в течение часа, и толщина окисной пленки [8]

Температура, °C	Цвет	Толщина окисной пленки, нм
350	светло-желтый	34,4
400	желто-коричневый	43,4
450	коричнево-фиолетовый	45,6
500	фиолетово-синий	51,0
550	голубой	53,6
600	желто-красный	84,2
650	грязно-фиолетовый	204,0
700	серый блестящий	—
750	серый матовый	—
800	светло-серый	—
850	беловатый	—



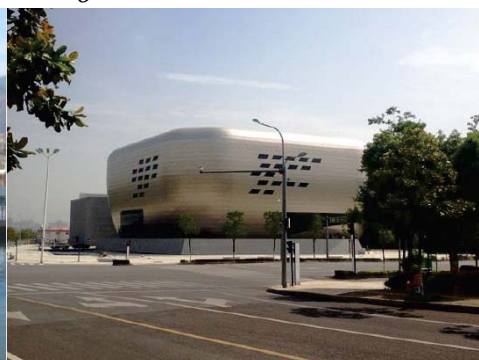
а



б



в



г

Рис.1. Примеры сооружений, в которых использован титан

Из наиболее интересных современных строительных и архитектурных сооружений со значительным объемом использования титана, в первую очередь, как кровельного и облицовочного материала можно назвать следующие:

- музей Гуггенхайма в Бильбао, Испания (1997 г.) в котором для облицовки использовано 24 000 м<sup>2</sup> титана (рис. 1, б) [9];
- национальный музей Кюсю в Фукуоке, Япония (2005 г.) при сооружении которого использовано 80 метрических тонн цветных титановых листов [4]
- национальный театр исполнительских искусств в Пекине (2007 г.) представляющий из себя «яйцевидный» купол, сделанный из стекла и титана, последнего было израсходовано более 100 тонн [5] (рис. 1, в);
- аэропорт в Абу Даби, ОАЭ – при его расширении в начале XXI века было использовано более 680 тонн технического титана;
- мостовой пирс четвертой взлетно-посадочной полосы токийского аэропорта Ханеда, Япония (2010 г.) в его облицовке использовано 1000 тонн технического титана [6];
- музей Wufu в Китае, сооруженный в 2014 году японской корпорацией Nippon Steel & Sumimoto Metals Co. Ltd, в котором основным облицовочным материалом является титан (рис. 1, г) [7].

Надо отметить, что несмотря на долговечность и стойкость титана в качестве внешнего облицовочного элемента строительного сооружения, в процессе длительной эксплуатации могут возникать проблемы изменения его окраски, связанные с процессами атмосферной коррозии. Это в частности произошло с музеем в Бильбао и были проведены научные исследования, направленные на восстановление первоначального внешнего облика [10].

В России и странах СНГ в настоящее время титан и его сплавы в строительстве и архитектуре используются очень ограниченно из-за высокой его стоимости и относительно низкого модуля упругости, последнее приводит к малой удельной жесткости титановых конструкций, уступающей стальным.

В последнее десятилетие работа по увеличению доли титана в строительстве в странах СНГ ведется в следующих направлениях [11]:

- анализ зарубежного опыта использования титана в строительстве;
- разработка общей концепции применения титана в строительстве;
- проведение НИР по возможности применения существующих сплавов в строительстве;
- обеспечение проектных организаций строительной отрасли информацией по титановым сплавам и полуфабрикатам из них.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Применение титана в народном хозяйстве / С. Г. Глазунов [и др.]. Киев : Техника, 1975. 200 с.
2. Froes F. H. Emerging applications for titanium / F. H. Froes, K. Yu // «Ti-2003. Science and technology» Proceedings of the 10<sup>th</sup> World conference on titanium. Gamburg. Germany. 2004. P. 2999–3010.
3. Полькин И. С. Применение титана в различных отраслях промышленности / И. С. Полькин // Материалы международной конференции «Ti-2006 в СНГ». Суздаль, 2006. С. 26–31.
4. Tomoyuki Kaya. Recent developments in Research, production and application of titanium in Japan / Kaya Tomoyuki // «Ti-2007. Science and technology» Proceedings of the 11<sup>th</sup> World conference on titanium. Kyoto. Japan. 2007. P. 49–56.
5. Wang Hao. Overview and prospect of the world titanium emerging applications market / Hao Wang // «Ti-2011. Science and technology». Proceedings of the 12<sup>th</sup> World conference on titanium. Beijing. China. 2011. P. 2227–2231.
6. Niinomi Mitsuo Recent trends in titanium research and development in Japan / Mitsuo Niinomi // «Ti-2011. Science and technology» Proceedings of the 12<sup>th</sup> World conference on titanium. Beijing. China. 2011. P. 30–37.
7. Niinomi Mitsuo, Kazuo Kagami. Recent topics of titanium research and development in Japan / Mitsuo Niinomi, Kazuo Kagami // «Ti-2015. Science and technology». Proceedings of the 13<sup>th</sup> World conference on titanium. San Diego. USA. 2016. P. 27–40.
8. Колачев Б. А. Технология термической обработки цветных металлов и сплавов: учебное пособие / Б. А. Колачев, Р. М. Габидулин, Ю. В. Пигузов. Москва : Металлургия, 1980. 280 с.
9. Музей в Бильбао. Режим доступа: <https://ru.wikipedia.org/wiki/>
10. Pelauo A., Cano P., Vaquero M. A cleaning method for aged architectural titanium / A. Pelauo, P. Cano, M. Vaquero // «Ti-2003. Science and technology» Proceedings of the 10<sup>th</sup> World conference on titanium. Gamburg. Germany. 2004. P. 3111–3116.
11. Александров А. В. Состояние и развитие рынка титана в регионе СНГ / А. В. Александров // Материалы международной конференции «Ti-2006 в СНГ». Суздаль, 2006. С. 7–12.

**Ю. А. Авдеева<sup>1</sup>, И. В. Лужкова<sup>1</sup>, Н. И. Глинских<sup>2</sup>, Т. Н. Доможирова<sup>2</sup>,  
А. Н. Ермаков<sup>1\*</sup>, Л. Х. Аскарова<sup>2</sup>, Ю. Г. Зайнулин<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>ФГБУН Институт химии твердого тела УрО РАН, г. Екатеринбург

<sup>2</sup>Уральский федеральный университет имени первого Президента России

Б. Н. Ельцина, г. Екатеринбург

\*ermakovihim@yandex.ru

## **ФОРМИРОВАНИЕ МЕТАСТАБИЛЬНЫХ ФАЗ $Ti_{0,7}Co_{0,3}N$ и $Mo_{0,8}Co_{0,2}N_{0,9}$ В ПРОЦЕССЕ ПЛАЗМЕННОЙ ПЕРЕКОНДЕНСАЦИИ МЕХАНИЧЕСКОЙ СМЕСИ TiN–Co**

В процессе плазменной переконденсации в низкотемпературной азотной плазме нанокристаллических композиций TiC–Co и TiN–Co, обогащенных металлическим молибденом, зафиксировано присутствие метастабильных сложнолегированных по металлической подрешетке нитридов  $Ti_{0,7}Co_{0,3}N$  и  $Mo_{0,8}Co_{0,2}N_{0,9}$  гексагональной модификации, обеспечивающих существование «core-shell»-структуры. Методом рентгенографии показано, что указанные соединения находятся в вынужденно ориентированном состоянии, обусловленном высокими степенями деформации кристаллической решетки вследствие значительной экстремальности синтеза.

*Ключевые слова:* плазменная переконденсация, метастабильные сложнозамещенные нитриды титана, «core-shell»-структура.

***Yu. A. Avdeeva, I. V. Luzhkova, N. I. Glinskih, T. N. Domozhirova,  
A. N. Ermakov, L. H. Askarova, Yu. G. Zainulin***

## **FORMATION OF METASTABLE PHASES $Ti_{0,7}Co_{0,3}N$ and $Mo_{0,8}Co_{0,2}N_{0,9}$ IN THE PROCESS OF PLASMA RECONDENSATION OF A MECHANICAL MIXTURE TiN–Co**

The presence of metastable  $Ti_{0,7}Co_{0,3}N$  and  $Mo_{0,8}Co_{0,2}N_{0,9}$  nitride hexagonal modifications, ensuring the existence of a «core-shell» structure, was detected in the process of plasma recondensation in a low-temperature nitrogen plasma of nanocrystalline TiC–Co and TiN–Co, enriched with metallic molybdenum. It was shown by X-ray diffraction that these compounds are in the forced-oriented state, due to high degrees of deformation of the crystal lattice due to the considerable extremality of the synthesis.

*Keywords:* plasma recondensation, metastable complex-substituted nitrides of titanium, «core-shell»-structure.

Метастабильные сложные нитриды титана и молибдена  $Ti_{0,7}Co_{0,3}N$  и  $Mo_{0,8}Co_{0,2}N_{0,9}$  впервые были описаны в работе [1], где приведены их некоторые кристаллографические характеристики. Указанные фазы являются полными аналогами фазы  $Ti_{0,7}Ni_{0,3}N$ , также описанной в [1]. Позднее, в [2] сложный титан-никелевый нитрид был получен в индивидуальной форме в процессе механохимического синтеза с применением порошков титана и никеля. Размол производился в среде газообразного азота. По данным рентгеноструктурного анализа и просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения было установлено, что полученная нанокристаллическая фаза имеет гексагональную структуру (пр.гр. P-6m2). В работе [3] приведены некоторые данные о получении нанокристаллической «core-shell»-структуры  $TiN-Ni$ , где интерметаллид  $Ti_{0,7}Ni_{0,3}N$  выступал в виде межфазной прослойки на границе взаимонесмачиваемых нитрида титана и никеля. Там же приведены сведения о механизме жидкофазного спекания в вакууме и термическом поведении «core-shell»-структуры в процессе ДТА и ТГА-исследований. В частности, было отмечено, что в процессе жидкофазного спекания в первую очередь происходит плавление  $Ti_{0,7}Ni_{0,3}N$  внутри композитных наночастиц, что впоследствии влечет за собой одновременное растворение как нитрида титана, так и никеля, при этом отмечается значительное понижение температуры спекания с 1380 °C до 1100 °C.

Целью настоящей работы является изучение формирования двух идентичных по кристаллической структуре метастабильных фаз  $Ti_{0,7}Co_{0,3}N$  и  $Mo_{0,8}Co_{0,2}N_{0,9}$  в процессе плазменной переконденсации механических смесей нитрида и карбида титана с кобальтом (соотношение по массе 1 : 1), обогащенных металлическим молибденом, в процессе формирования нанокристаллических «core-shell»-структур  $TiC-Co$  и  $TiN-Co$ .

Плазменная переконденсация нанокompозитных частиц производилась на установке мощностью 25 кВт, производительность методики составляла 200 г/час. Полученные фракции нанокompозиций были капсулированы на заключительной стадии синтеза с целью понижения их химической активности для длительного хранения в нормальных условиях.

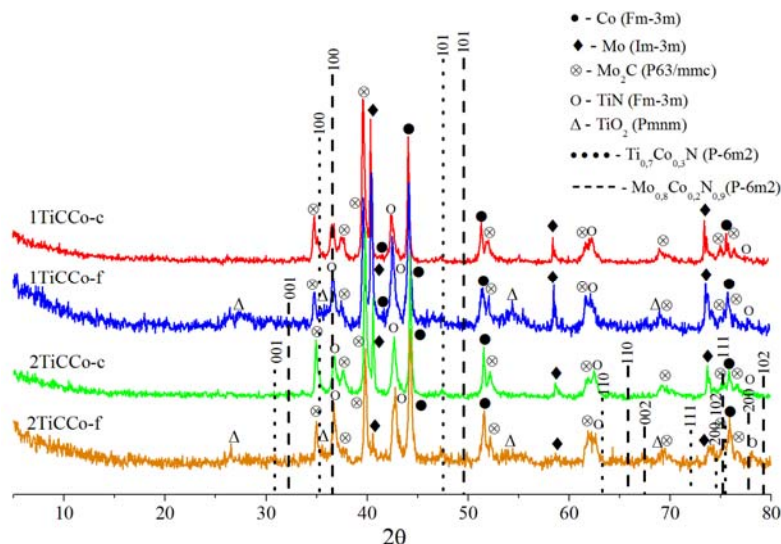


Рис. 1. Рентгенограммы фракций TiC–Co, полученных в результате плазменной переконденсации в низкотемпературной азотной плазме

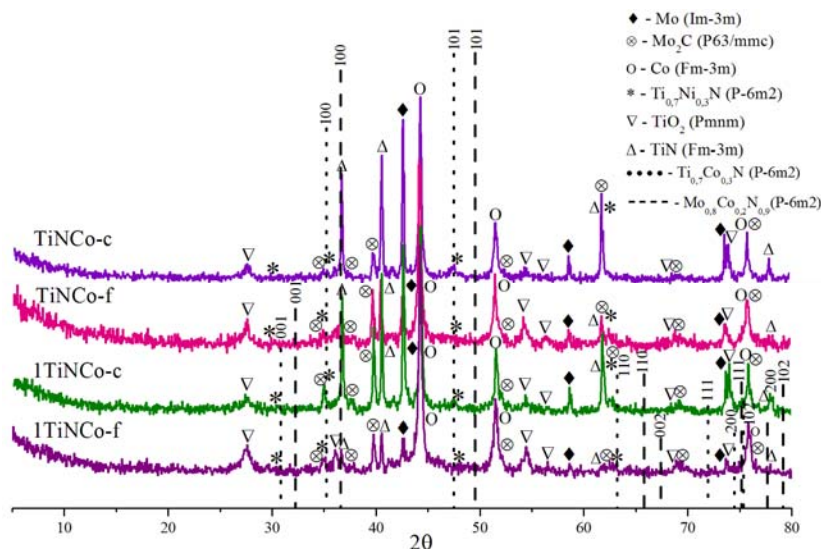


Рис. 2. Рентгенограммы фракций TiN–Co, полученных в результате плазменной переконденсации в низкотемпературной азотной плазме

Аппаратурная аттестация всех нано- и ультрадисперсных порошков методом рентгенографии (рис.1, 2) показала, что помимо зафиксированных нитридов и карбидов титана, металлических кобальта и молибдена, во всех фракциях присутствуют фазы  $\text{Ti}_{0,7}\text{Co}_{0,3}\text{N}$  и  $\text{Mo}_{0,8}\text{Co}_{0,2}\text{N}_{0,9}$  (пр.гр. P-6m2) гексагонального характера (рис. 1, 2).

Исходя из сведений [4], где показано, что плазмохимический синтез в условиях низкотемпературной азотной плазмы является квазиравновесным химическим процессом, в условиях которого формируются нанокристаллические порошки со структурой «ядро-оболочка».

Основным вопросом фазообразования нанокompозиций TiC–Co и TiN–Co является смачиваемость поверхностей TiN и Mo<sub>2</sub>N расплавами молибдена и кобальта, присутствующими в наночастицах по данным рентгенофазового анализа (рис. 1, 2). Из литературных источников (см. например [5]) известно, что нитридные соединения элементов IV–VIA подгрупп в комплектном стехиометрическом состоянии практически не смачиваются расплавами кобальта, а для нитрида молибдена данные такого характера вообще отсутствуют. В этом случае можно отметить положительную роль формирования метастабильных сложнолегированных нитридов титана Ti<sub>0,7</sub>Co<sub>0,3</sub>N и молибдена Mo<sub>0,8</sub>Co<sub>0,2</sub>N<sub>0,9</sub> на основе сильнодефектного кубического нитрида титана, предположительно состава TiN<sub>0,7</sub> и гексагонального δ-MoN (пр.гр. P-6m2).

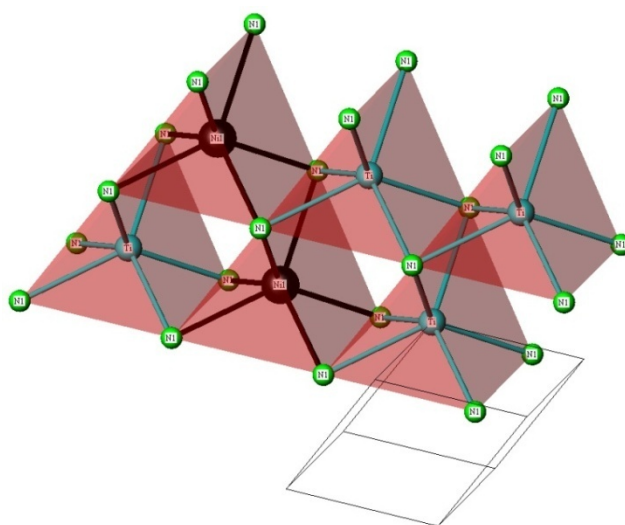


Рис. 3. Модель призматической координации титан-кобальтового нитрида Ti<sub>0,7</sub>Co<sub>0,3</sub>N с приведенной элементарной ячейкой

Характерной особенностью присутствующих метастабильных сложнолегированных нитридов является их вынужденная ориентация, вследствие деформационных процессов на уровне кристаллических решеток, которые по данным [6], способствуют как уширению, так и смене интенсивностей рентгеновских линий. В условиях формирования «core-shell»-структур типа тугоплавкое ядро (TiN) – металлическая оболочка (Co) в нанокристаллических композициях TiC–Co и TiN–Co, учитывая несмачиваемость нитридных комплектных фаз расплавом кобальта, промежуточные фазы Ti<sub>0,7</sub>Co<sub>0,3</sub>N и Mo<sub>0,8</sub>Co<sub>0,2</sub>N<sub>0,9</sub> подвергаются двусторонней деформации. В этом случае, как показали рентгенографические исследования, можно отметить, что сложнолегированные нитриды титана и молибдена ориентированы по плоскостям (100) для Mo<sub>0,8</sub>Co<sub>0,2</sub>N<sub>0,9</sub>, и (101) для Ti<sub>0,7</sub>Co<sub>0,3</sub>N (рис.3). Ввиду того, что указанные грани являются составляющими кубической и гексагональных ячеек, можно предположить, что кристаллизация



сложнолегированных нитридов происходит на этих плоскостях. При этом, данное утверждение требует дополнительных доказательств, в частности с применением просвечивающей электронной микроскопии высокого разрешения.

*Авторы выражают благодарность к.т.н. Добринскому Э.К. (ФГУП ГНИИХТЭОС) за помощь в проведении экспериментов по плазменной переконденсации механической смеси TiN–Co и TiC–Co.*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Schönberg N. The tungsten carbide and nickel arsenide structures / N. Schönberg // Acta Metallurgica. 1954. V. 2. P. 427–432.
2. Bhaskar U. K. Microstructural evolution of nanostructured  $\text{Ti}_{0.7}\text{Ni}_{0.3}\text{N}$  prepared by reactive ball-milling / U. K. Bhaskar, S. K. Pradhan // Materials research bulletin. 2013. V. 48. P. 3129–3135.
3. Особенности фазообразования в системе TiN–Ni после плазмохимической обработки никелида титана и спекания полученной композиции / А. Н. Ермаков [и др.] // Материаловедение. 2011. № 3. С. 34–38.
4. Бородин В. И. Низкотемпературная плазма в процессах получения металлов / В. И. Бородин // Материалы лекций и докладов Школы-семинара «Методы и техника экспериментального исследования процессов самоорганизации упорядоченных структур в плазменно-пылевых образованиях» и Школы молодых учёных «Актуальные проблемы приложений физики низкотемпературной плазмы». 2003. 10 с.
5. Косолапова Т. Я. Свойства, получение и применение тугоплавких соединений. Справочное издание / Т. Я. Косолапова. Москва : Металлургия, 1986. 928 с.
6. Фульц Б. Просвечивающая электронная микроскопия и дифрактометрия материалов / Б. Фульц, Дж. М. Хау. Москва : Техносфера, 2011. 904 с.



**Ю. А. Авдеева<sup>1\*</sup>, И. В. Лужкова<sup>1</sup>, А. Н. Ермаков<sup>1</sup>, Л. Х. Аскарова<sup>2</sup>,  
Ю. Г. Зайнулин<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>ФГБУН Институт химии твердого тела УрО РАН, г. Екатеринбург

<sup>2</sup>Уральский федеральный университет имени первого Президента России

Б. Н. Ельцина, г. Екатеринбург

\*y-avdeeva@list.ru

## ПОЛУЧЕНИЕ ОКСИКАРБИДА МОЛИБДЕНА В УСЛОВИЯХ ПЛАЗМЕННОЙ ПЕРЕКОНДЕНСАЦИИ В НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОЙ АЗОТНОЙ ПЛАЗМЕ МЕХАНИЧЕСКОЙ СМЕСИ МОЛИБДЕНА И МОЧЕВИНЫ

Методом плазмохимического синтеза по схеме плазменной переконденсации в низкотемпературной азотной плазме из механической смеси металлического молибдена и мочевины получен нанокристаллический порошок оксикарбида молибдена со структурой типа NaCl, который был аттестован методами рентгенографии, растровой электронной микроскопии и энргодисперсионного анализа.

*Ключевые слова:* плазмохимический синтез, плазменная переконденсация, низкотемпературная азотная плазма, оксикарбид молибдена, рентгенофазовый анализ, растровая электронная микроскопия, энргодисперсионный микроанализ.

***Yu. A. Avdeeva, I. V. Luzhkova, A. N. Ermakov, L. Kh. Askarova,  
Yu. G. Zainulin***

## OBTAINING OF MOLYBDENUM OXYCARBIDE IN CONDITIONS OF PLASMA RECONDENSATION IN A LOW-TEMPERATURE NITROGEN PLASMA OF MECHANICAL MIXTURE OF MOLYBDENUM AND UREA

A nanocrystalline powder of oxycarbide molybdenum with a NaCl structure was obtained by the method of plasma-chemical synthesis according to the plasma-recondensation scheme in a low-temperature nitrogen plasma from the mechanical mixture of metallic molybdenum and urea, which was certified by X-ray diffraction, scanning electron microscopy, and energy-dispersive analysis.

*Keywords:* plasma-chemical synthesis, plasma recondensation, low-temperature nitrogen plasma, molybdenum oxycarbide, X-ray phase analysis, scanning electron microscopy, energy-dispersive microanalysis.

В ряде литературных источников [1] приводятся сведения о том, что низкотемпературная плазма (до  $10^4$  К) может выступать как квазиравновесная термодинамическая система, в которой соблюдаются

законы равновесной термодинамики. При этом следует отметить, что непосредственно сама плазма выступает только в качестве высокоинтенсивного теплового источника. С другой стороны, в соответствии с уравнением Аррениуса в условиях плазмохимического синтеза за счет значительного повышения температуры, скорости химических реакций резко увеличиваются, исходные материалы в процессе прохождения через плазмотрон, как правило, переходят в атомарное состояние, а при попадании в закалочную камеру, заполненную газом, переконденсируются со скоростью  $10^5$  К/с в нано- и ультрадисперсное состояние, разделяемое в дальнейшем на стадии классифицирования фракций в циклоне вихревого типа (как правило, смесь ультра- и нанодисперсных частиц) и тканевом фильтре рукавного типа (наночастицы). После разделения все фракции подвергаются принудительной пассивации, что обеспечивает длительное хранение ультрадисперсных и нанокристаллических материалов в нормальных условиях. Ввиду квазиравновесного состояния плазмы, химический состав продуктов плазмохимического синтеза, в том числе и плазменной перконденсации, детальное описание которой приведено в [2], характеризуется наличием карбидов, нитридов, карбонитридов и других соединений элементов, в зависимости от состава применяемого плазмообразующего газа и газа-охлаждителя, также на поверхности наночастиц могут присутствовать металлы в виде плакирующего слоя, реакционная способность которых не позволяет формировать карбидно-нитридные соединения в нормальных равновесных условиях. К таким металлам можно отнести, например, никель, кобальт или молибден. Относительно металлического молибдена можно сказать, что он будет выделяться в свободном виде только при значительном переизбытке в присутствии более сильного карбидообразователя или нехватке плазмообразующего газа. С точки зрения термодинамики [3] формирование кубических карбидных соединений молибдена в равновесных условиях более затруднительно по сравнению с карбидами или нитридами титана. Это связано с наличием в системе Mo - C карбида  $\text{Mo}_2\text{C}$  гексагональной модификации, отличающегося большей стабильностью по сравнению с кубическим MoC. В то же время, с точки зрения окисляемости, тугоплавкие соединения титана менее подвержены окислению по сравнению с карбидами и нитридами молибдена. Причем диффузия кислорода в молибденсодержащих веществах, по данным [4] протекает намного интенсивнее, что делает практически невозможной стабилизацию оксикарбидных и оксинитридных фаз молибдена с кубической структурой типа NaCl керамическими методами. В то же время имеются сведения [5] химического и кристаллографического характера о возможности получения оксикарида молибдена. В плане инноваций

оксикарбид молибдена может использоваться в качестве катализатора при переработке метана, о чем говорится в работе [6].

Таблица 1

Результаты РФА фракций Мо–О–С, полученных в ходе плазменной переконденсации в низкотемпературной азотной плазме

Фракция	Состав, пр. гр., параметры
2Мо + 1С (бункер)	Мо (Im-3m); 47,56 масс %; a = 3,1389 С (p63/mmc); 52,40 масс %; a = 2,4441, c = 6,7022
2Мо + 1С (фильтр)	Мо (Im-3m), 33,23 масс %, a = 3,1470 МоОС (Fm-3m), 24,61 масс %, a = 4,1520 С (p63/mmc), 42,15 масс %, a = 2,4700, c = 6,7900

Таблица 2

Результаты EDX-анализа оксикарбида молибдена, полученного в результате плазменной переконденсации в низкотемпературной азотной плазме

Точка	Элементы, масс. %			Точка	Элементы, масс. %		
	С	О	Мо		С	О	Мо
	MoOC-b				448f(Mo+mochevina)(1)		
1	—	1,25	98,75	1	—	19,58	80,42
2	—	3,18	96,82	2	—	24,85	75,15
3	—	1,13	98,97	3	—	22,98	77,02
4	—	2,52	97,48	4	—	11,89	88,11
5	—	5,32	94,68	5	—	30,99	69,01
6	4,24	5,52	90,24	6	—	19,98	80,02
7	13,83	15,64	70,53	7	—	27,93	72,07
8	3,2	7,68	89,12	8	—	24,87	75,13
9	—	2,37	97,63	9	—	22,03	77,97
10	16,82	74,84	8,34	10	—	21,91	78,09
11	2,14	14,1	83,76				
12	63,82	9,78	26,41				
13	2,18	4,65	93,17				
14	—	8,46	91,54				

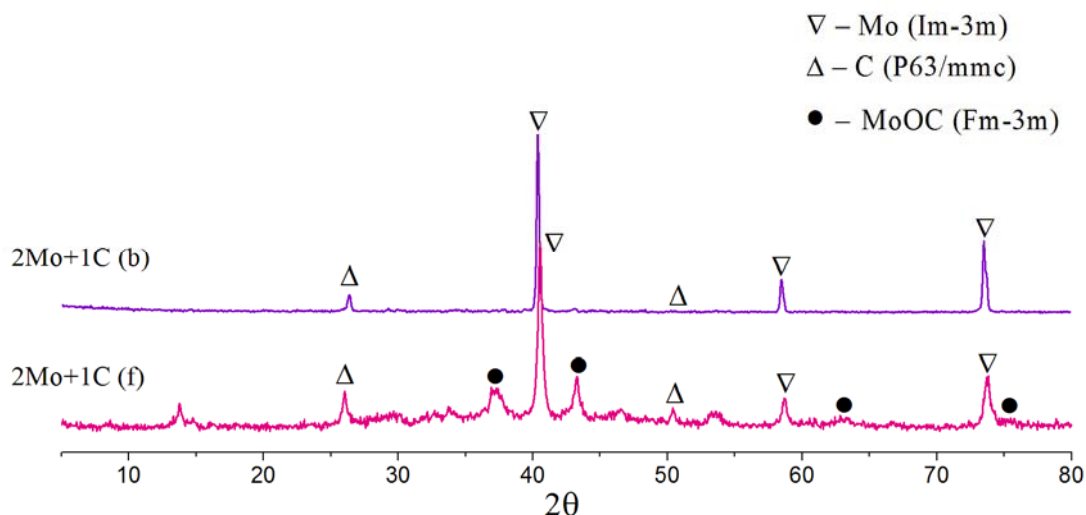


Рис. Рентгенограммы фракций Mo–O–C, полученных в ходе плазменной переконденсации в низкотемпературной азотной плазме

В настоящей работе, методом плазмохимического синтеза по схеме плазменной переконденсации в низкотемпературной азотной плазме (4000 – 6000 °С) из механической смеси металлического молибдена и мочевины в соотношении по массе 2 : 1, на фильтре рукавного типа была получена нанокристаллическая композиция, химический состав которой по данным рентгенографических исследований (рис., табл.1) представлял собой смесь металлического молибдена кубической модификации (пр.гр. Im-3m) и нанокристаллического оксикарбида молибдена MoOC (пр.гр. Fm-3m). С учетом ряда предыдущих работ можно утверждать, что в процессе переконденсации образуется «core-shell»-структура, в которой в качестве ядра может выступать более тугоплавкий оксикарид MoOC, а в качестве оболочки – металлический молибден. Такая трактовка формирования нанокристаллической композиции подтверждается и разницей температур кристаллизации каждой из фаз. Так, например, температура плавления карбида молибдена, который можно рассматривать как аналог оксикарида, составляет 2993 К [7], а металлический молибден плавится при 2893 К. Как показал проведенный эксперимент, соотношение по массе металлического Mo и мочевины 1 : 1, приводит к значительному переизбытку металла в конечном продукте, что может приводить к некоторому искажению экспериментальных результатов рентгенографии и растровой электронной микроскопии. В нашем случае рентгенографические исследования с точки зрения рентгеноструктурного анализа фиксируют присутствие как металлического Mo, так и оксикарида MoOC (табл.1), а данные EDX-анализа (табл. 2) не отражают наличие углерода в исследуемой системе, хотя в дополнительно приведенных данных о фракции из бункера он присутствует. Таким образом, опираясь на термодинамику и химизм процессов формирования

карбидных и оксикарбидных фаз можно сказать, что значительная толщина металлического молибденового покрытия не позволяет точно определить истинный химический состав кубического оксикарбида молибдена. Для удаления металлического молибдена было предложено произвести химическое травление в различных растворах кислот и щелочей.

*Авторы выражают благодарность канд. техн. наук Э. К. Добринскому (ФГУП ГНИИХТЭОС) за помощь в проведении экспериментов по плазменной переконденсации механической смеси молибдена и мочевины.*

## ЛИТЕРАТУРА

1. Бородин В. И. Низкотемпературная плазма в процессах получения металлов / В. И. Бородин // Материалы лекций и докладов Школы-семинара «Методы и техника экспериментального исследования процессов самоорганизации упорядоченных структур в плазменно-пылевых образованиях» и Школы молодых учёных «Актуальные проблемы приложений физики низкотемпературной плазмы», 2003. 10 с.
2. Стороженко П. А. Нанодисперсные порошки: методы получения и способы практического получения / П. А. Стороженко, Ш. Л. Гусейнов, С. И. Малашин // Российские нанотехнологии. 2009. № 1–2. С. 27–39.
3. Barin I. Thermochemical Data of Pure Substances. Third Edition / I. Barin. In collab. with Gregor Platzki. Weinheim, New York, Basel, Cambridge, Tokyo: VCH, 1995. 2003 с.
4. Войтович Р. Ф. Окисление карбидов и нитридов / Р. Ф. Войтович. Киев: Наук. думка, 1981. 192 с.
5. Ferguson I. F. Decomposition of Molybdenum Hexacarbonyl / I. F. Ferguson, J. B. Ainscough // Nature. 1964. V. 202. P. 1327–1328.
6. Особенности углекислотной конверсии метана на  $\text{MoO}_3$ ,  $\text{MoO}_x\text{-C}$  и  $\beta\text{-Mo}_2\text{C}$  / Т. Ф. Шешко [и др.] // Бутлеровские сообщения. 2014. Т. 39, № 10. С. 62–67.
7. Рабинович В. А. Краткий химический справочник / В. А. Рабинович, З. Я. Хавин. Ленинград : Химия, 1977. 81 с.

***Е. Э. Юдина\*, А. В. Величко***

Тульский государственный университет, г. Тула

\*sweta.novosvetloffa@yandex.ru

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук Г. В. Маркова

## СТРУКТУРА И СВОЙСТВА СПЛАВА Ti–22Nb–6Ta ПОСЛЕ ХОЛОДНОЙ ПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ И ОТЖИГА

Исследованы микроструктура и микротвердость сплава Ti–22Nb–6Ta после деформации  $\epsilon = 0,3$  и последующего отжига при температурах 600 и 750 °С. Показано, что при 600 °С завершается процесс первичной рекристаллизации, а при 750 °С – собирательной. Изменение микротвердости при отжиге деформированного сплава обусловлено выделением когерентной  $\omega$ -фазы.

*Ключевые слова:* низкомодульный сплав Ti–Nb, отжиг, микроструктура, микротвердость.

***E. E. Yudina, A. V. Velichko***

## STRUCTURE AND PROPERTIES OF THE ALLOY Ti–22Nb–6Ta AFTER COLD PLASTIC DEFORMATION AND ANNEALING

The microstructure and microhardness of the Ti–22Nb–6Ta alloy was studied after deformation of  $\epsilon = 0.3$  and subsequent annealing at temperatures of 600 and 750 °C. It is shown that at 600 °C the primary recrystallization process is completed, and at 750 °C the collective recrystallization process is completed. The change in microhardness during annealing of the deformed alloy is due to the separation of the coherent  $\omega$  phase.

*Keywords:* low-modulus alloy Ti–Nb, annealing, microstructure, microhardness.

Сплавы системы Ti–Nb–Ta представляют интерес, как материалы для имплантатов, поскольку эти сплавы обладают сравнительно низкими значениями модуля нормальной упругости, высокой биосовместимостью, не окисляются и не разрушаются в человеческом организме [1]. Кроме того, сплавы обладают эффектом памяти формы, который обусловлен развитием обратимого мартенситного превращения, предположительно, термоупругого типа. Однако качественного изображения микроструктуры сплавов этой системы не получено, а данные об их свойствах недостаточно широко представлены в научно-технической литературе.

Целью данной работы было изучение влияния холодной пластической деформации и последующей термической обработки (отжиг) на микроструктуру и микротвёрдость сплава Ti–22Nb–6Ta.

Материал для исследования получали вакуумно-дуговой плавкой чистых шихтовых компонентов (Ti, Nb, Ta). В табл. 1 представлен химический состав литого сплава Ti–22Nb–6Ta по основным элементам. Полученные заготовки подвергались холодной прокатке в несколько проходов без промежуточных отжигов с суммарно накопленной степенью деформации  $\epsilon = 0,3$ . После прокатки образцы отжигали при температурах 600 и 750 °C в течение 0,5 часа.

Таблица 1

Химический состав материала для исследования\*

% атомный		
Ti	Nb	Ta
72	21	7

\* — образцы для исследования предоставлены д-ра физ.-мат. наук С. Д. Прокошкиным (МИСиС)

Структуру сплава в состоянии после холодной прокатки и после деформационного отжига (ПДО) исследовали с помощью светового микроскопа «Axio Observer D1.m» фирмы Carl Zeiss. Для выявления микроструктуры были использованы различные составы травителей, традиционно применяемых для титановых сплавов: 2HF:1HNO<sub>3</sub>:17H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 1HF:15HNO<sub>3</sub>:5H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, 1HF:3HNO<sub>3</sub>:6H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> и 1HF:4HNO<sub>3</sub>:5H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Наилучшие результаты были получены при травлении составом: 1HF:4HNO<sub>3</sub>:5H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (объемные части). Микроструктуру выявили в результате шестикратного повторения процесса полирование-травление. Количественные характеристики структуры (средний условный диаметр зерна) определены методом случайных секущих по ГОСТ 5639. Объем выборки составил 390 измерений.

Микротвёрдость использовали в работе в качестве характеристики, позволяющей оценить влияние термомеханической обработки на механические свойства сплава. Измерения проводили на микротвердомере ПМТ-3 в соответствии с ГОСТ 9450. Прилагаемая нагрузка составляла 1 Н (100 г) с выдержкой под нагрузкой 10 с. На каждом образце выполнено 60 измерений.

### Результаты исследования и обсуждение

Выявленная микроструктура образцов сплава Ti–22Nb–6Ta представлена на рис. 1. В исходном деформированном состоянии (рисунок 1, а) наблюдается большое количество полос скольжения, зёрненная структура химическим травлением не выявляется. Плотность полос скольжения равномерно распределена по поверхности шлифа, что свидетельствует о неравномерной деформации образца.

После отжига при 600 °С, наблюдается однофазная структура, соответствующая стадии завершения первичной рекристаллизации. Структура характеризуется достаточно мелким равноосным зерном с неравновесными извилистыми границами (рисунок 1, б). Методом количественной металлографии установлено, что после отжига 600 °С средний размер зёрен равен  $(18 \pm 1)$  мкм. На рис. 2, а приведена гистограмма распределения зерен по размеру, из которой видно, что зерна распределены по логнормальному закону.

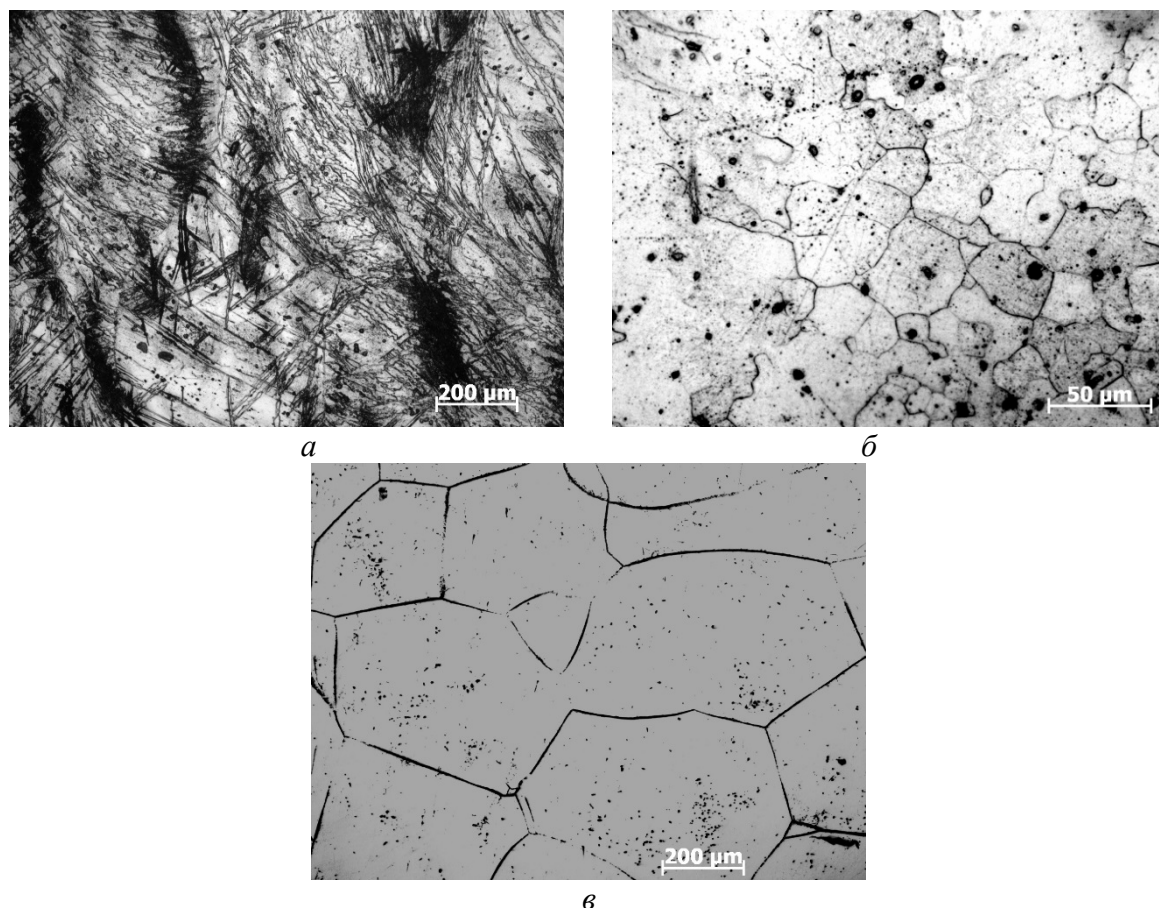


Рис. 1. Микроструктура образца Ti–22Nb–6Ta после деформации со степенью  $\epsilon = 0,3$  (прокатка) и: а – без отжига; б – отжига 600 °С; в – отжига 750 °С

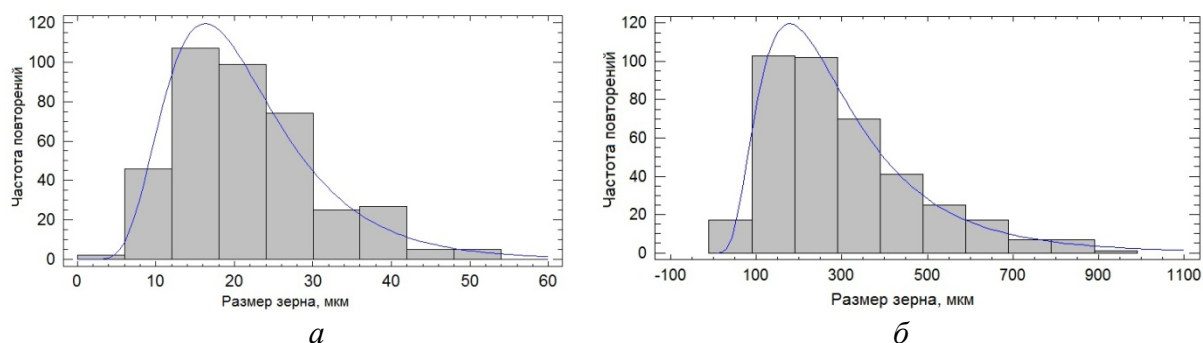


Рис. 2. Гистограмма распределения зерен по размерам деформированного сплава Ti–22Nb–6Ta после отжига: а – 600 °С; б – 750 °С



Повышение температуры отжига до 750 °С ведёт к существенному укрупнению зерна - средний условный диаметр составляет  $(205 \pm 18)$  мкм. При этом границы зерен спрямляются, практически все стыки границ зёрен становятся 120-градусными (рис. 1, в). Рост зерна и изменение геометрии границ позволяет заключить, что при данной температуре развиваются процессы собирательной рекристаллизации. Распределение зерен по размеру описывается логнормальным законом (рис. 2, б).

В табл. 2 показаны результаты измерения микротвердости на представленных образцах в деформированном состоянии и после ПДО.

Таблица 2

Результаты измерения микротвердости деформированного  
и отожженного сплава Ti–22Nb–6Ta

Состояние, °С	Микротвердость, HV
без отжига	$121 \pm 3$
600	$136 \pm 2$
750	$203 \pm 3$

Как видно из таблицы 2, ПДО повышает микротвердость материала. Самое высокое значение микротвердости демонстрирует образец, отожженный при температуре 750 °С в течение 0,5 ч.

Проведенная оценка теоретического значения температуры рекристаллизации по соотношению Бочвара показала, что  $T_r$  исследуемого сплава должна соответствовать приблизительно 650 °С. Однако в данном исследовании показано, что уже при температуре отжига 600 °С завершается процесс первичной рекристаллизации, а после отжига при 750 °С – и процесс собирательной рекристаллизации. По-видимому, это является следствием влияния степени предварительной деформации. Как хорошо известно, с повышением степени деформации температура рекристаллизации снижается.

Наблюдаемое повышение микротвердости после высокотемпературного отжига не согласуется с представлением о развитии рекристаллизации. Можно предположить, что отжиг способствует выделению  $\omega$ -фазы. Действительно, в работе [1] приведены данные об обнаружении  $\omega$ -фазы после отжига. Когерентно связанная с матрицей  $\omega$ -фаза не выявляется металлографически и, выделяется, по-видимому, в объеме зерен, а не на границах, не препятствуя росту зерна на стадии собирательной рекристаллизации.

## ВЫВОДЫ

1. Оптимизирован состав травителя для выявления зёрненной структуры сплава Ti–22Nb–6Ta ( $1\text{HF}:4\text{HNO}_3:5\text{H}_2\text{O}_2$ ) и получено качественное изображение микроструктуры.
2. На основании микроструктурных исследований установлено, что при температурах отжига деформированного ( $\epsilon = 0,3$ ) образца Ti–22Nb–6Ta 600 и 750 °C наблюдается первичная и собирательная рекристаллизация, соответственно.
3. Определено, что с увеличением температуры отжига деформированного материала происходит рост микротвёрдости сплава, что, наиболее вероятно, связано с выделением  $\omega$ -фазы.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (проект № 16-43-710688 p\_a).*

## ЛИТЕРАТУРА

1. Дубинский С. М. Формирование наноструктур методами термомеханической обработки и повышение функциональных свойств сплавов Ti–Nb–Zr, Ti–Nb–Ta с памятью формы: автореф. дис. ... канд. техн. наук. НИТУ «МИСиС». Москва, 2013.

***Р. Р. Хайруллин<sup>1\*</sup>, И. А. Евдокимов<sup>1,2</sup>, С. А. Перфилов<sup>1</sup>,  
А. А. Поздняков<sup>1</sup>, В. Д. Бланк<sup>1</sup>***

<sup>1</sup>ФГБНУ «Технологический институт сверхтвёрдых и новых углеродных материалов»,  
г. Москва, г. Троицк

<sup>2</sup>Общество с ограниченной ответственностью «Научно-производственное объединение  
СИКОМП», г. Владимир

\*radionowi4@bk.ru

## **НАНОСТРУКТУРНЫЕ АЛЮМОМАТРИЧНЫЕ КОМПОЗИЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ С ВЫСОКИМИ ПРОЧНОСТНЫМИ ХАРАКТЕРИСТИКАМИ**

В рамках данной работы получены и исследованы наноструктурные алюмоматричные композиционные материалы со значением предела прочности при изгибе до 1100 МПа, микротвердости до 3300 МПа и удельной прочности до 34 км. Проведены исследования влияния дополнительного легирования магнием и модифицирования фуллереном C<sub>60</sub> на структурно-фазовый состав и физико-механические свойства алюмоматричных композиционных материалов.

*Ключевые слова:* алюмоматричные композиционные материалы, удельная прочность, фуллерен C<sub>60</sub>.

***R. R. Khayrullin, I. A. Evdokimov, S. A. Perfilov, A. A. Pozdnyakov,  
V. D. Blank***

## **NANOSTRUCTURED ALUMINUM COMPOSITE MATERIALS WITH HIGH STRENGTH CHARACTERISTICS**

In this work nanostructured aluminum-matrix composite materials with bending strength up to 1100 MPa, microhardness up to 3300 MPa and specific strengt up to 34 km were obtain and investigated. The effect of additional magnesium doping and modifying by fullerene C<sub>60</sub> on the structure, phase composition and mechanical properties of the resulting composites were study.

*Keywords:* composites, fullerene C<sub>60</sub>, aluminum-magnesium alloy, nanostructuring.

Создание новых материалов конструкционного и функционального назначения является одной из приоритетных задач современного материаловедения. Традиционные металлы и сплавы в значительной мере достигли предела своих механических и технологических свойств, что ограничивает их применение в современной науке и технике. Создание новых материалов требует применения инновационных методов и

технологий. На сегодняшний день одним из наиболее перспективных путей повышения прочностных свойств композиционных материалов (КМ) является наноструктурирование материала матрицы, в совокупности с дополнительным легированием КМ наноразмерными высокомолекулярными и химически активными частицами (оксидов, нитридов, карбидов, углеродных наноструктур (УНС) и т. д.).

Наноструктурные металломатричные композиционные материалы (НКМ) могут превосходить традиционные металлы и сплавы по целому ряду свойств и характеристик.

В рамках данной работы, методами порошковой металлургии были получены алюмоматричные НКМ, проведены исследования влияния дополнительного легирования магнием и модифицирования фуллереном  $C_{60}$  на структурно-фазовый состав и физико-механические свойства объемных образцов НКМ.

В качестве исходных материалов для получения НКМ применяли алюминий-магниевый сплав АМг6 (ГОСТ 4784–97), для увеличения концентрации магния, в состав КМ дополнительно вводилось 3–12 вес.% магния (99,9 %), в качестве модифицирующей добавки в состав КМ дополнительно вводилось 0,3 вес. % фуллерена  $C_{60}$  (99,5 %). Механоактивационную обработку (МА) исходных материалов проводили в планетарной шаровой мельнице АГО-2У. Для предотвращения окисления и протекания других не желательных реакций все манипуляции с исходными материалами и полученными порошками проводились в заполненном аргоном, изолирующем перчаточном боксе поддерживающим чистоту атмосферы по кислороду и парам воды не хуже 0,1 ppm. По данным рентгеноструктурного анализа (РСА) и просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) средний размер кристаллитов алюминия после обработки составил 20–25 нм. Полученные после размолва порошки компактировались в цилиндрические брикеты под давлением 0,5–0,6 ГПа. Полученные брикеты подвергали прямой горячей экструзии при температуре 270 °С и степени деформации 6,25. Экструдированные образцы механически обрабатывались для дальнейших исследований и испытаний.

Для диапазона концентраций магния от 3 до 18 вес. % исследована кинетика изменения среднего размера кристаллитов в процессе совместной механоактивации исходных материалов в планетарной шаровой мельнице (рис.1).

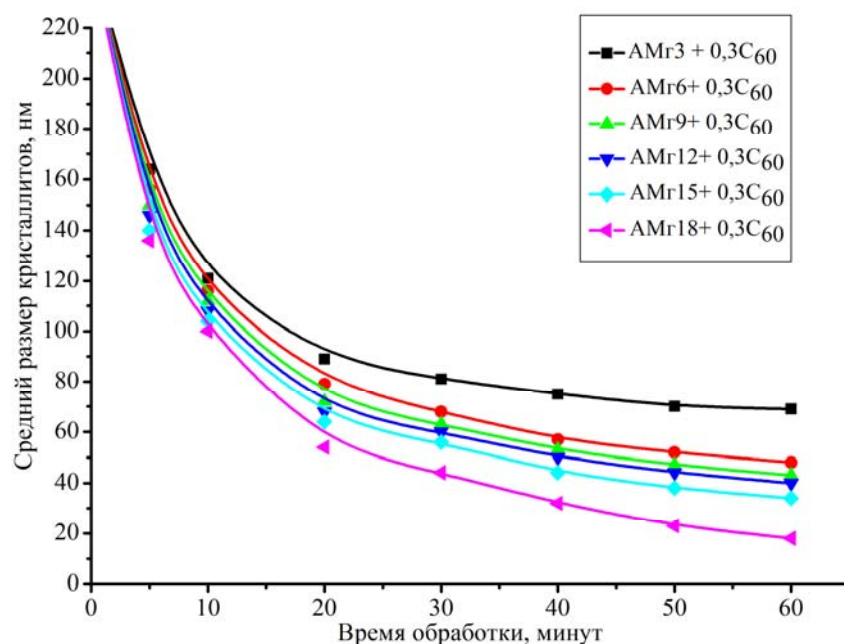


Рис. 1. Исследование зависимости среднего размера кристаллитов НКМ от концентрации магния (частота вращения валика 1800 об./мин.)

Методом РСА и ПЭМ было установлено, что в процессе размола магний образует насыщенный твёрдый раствор, о чем свидетельствует увеличение параметра решётки алюминия. В результате пересыщения границ алюминиевых зерен магнием, увеличивается вклад твердорастворного упрочнения в общую прочность НКМ. Согласно ПЭМ и РСА избыточный магний, не участвующий в образовании твёрдого раствора, образует ультрадисперсную интерметаллидную фазу  $\text{Al}_3\text{Mg}_2$  и  $\text{Al}_{12}\text{Mg}_{17}$  (рис. 2).

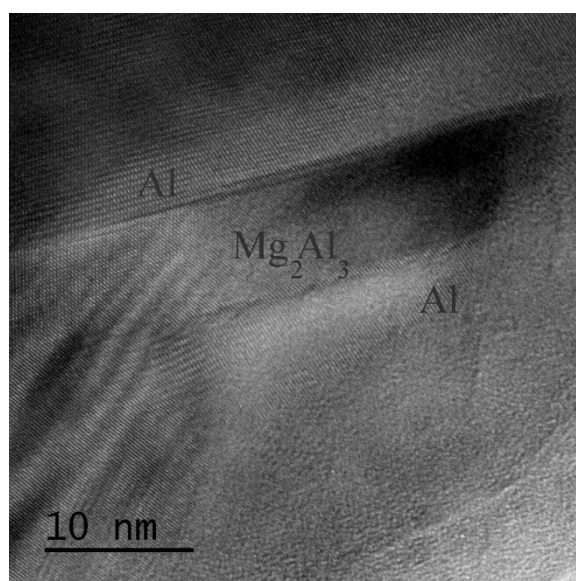


Рис. 2. ПЭМ изображение интерметаллидной фазы в НКМ после МА

Для установления допустимых интервалов консолидации механоактивированных порошковых смесей был проведен ряд экспериментов, направленных на исследование термической стабильности полученных образцов НКМ. ниже, на рис. 3 представлены результаты исследования термической стабильности методом дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК). На представленных графиках видно, что в интервале температур 290–310 °С в материалах наблюдается начало протекания необратимых превращений, сопровождающихся эндотермическими и экзотермическими эффектами.

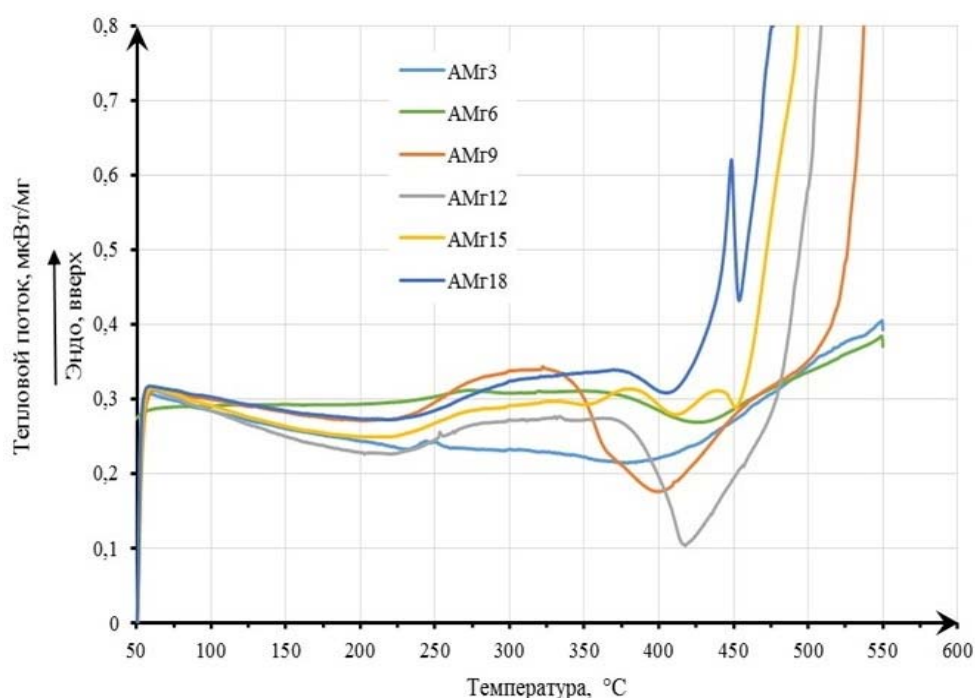


Рис. 3. Исследование термической стабильности НКМ методом ДСК (скорость нагрева 40 К/мин, концентрация фуллерена  $C_{60}$  = 0,3 вес. %)

Методами спектроскопии комбинационного рассеяния света (КРС) и РСА было установлено, что наблюдаемые тепловые эффекты связаны с рекристаллизацией матричного сплава, разрушением алюминий-фуллереновых комплексов и образованием карбида алюминия  $Al_4C_3$  (рис. 4). Образование карбида алюминия является нежелательным, поскольку его наличие может снизить физико-механические и эксплуатационные свойства полученного материала.

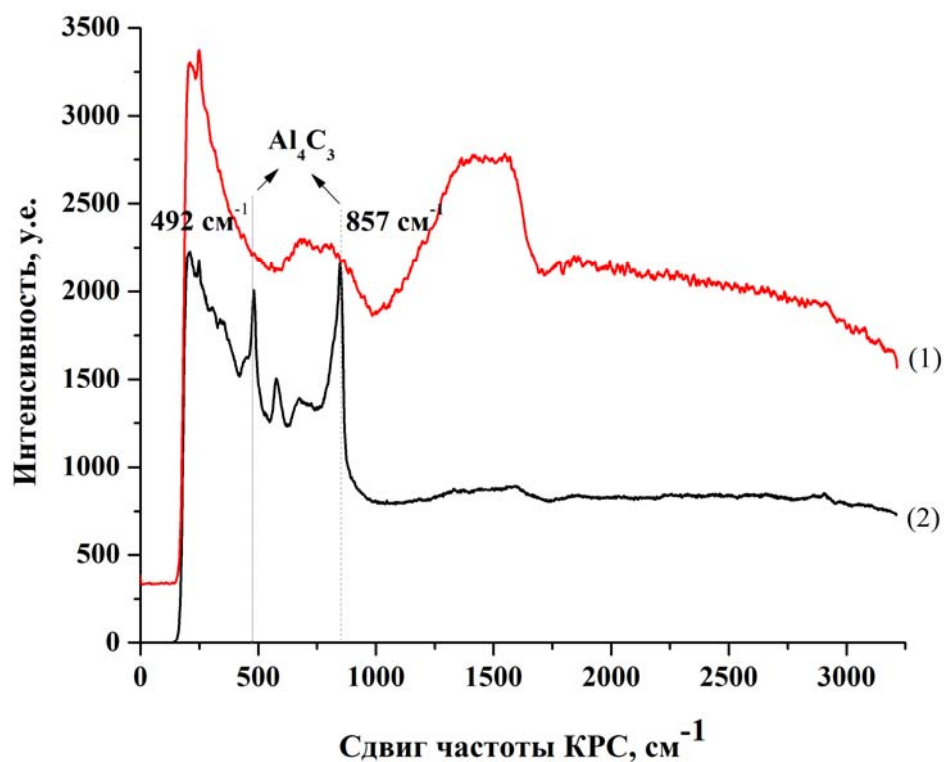


Рис. 4. Спектры комбинационного рассеяния света НКМ после отжига: 1 – при 290 °С, 2 – при 400 °С

Длительные отжиги (до пяти суток) при температуре 200–250 °С не оказывали влияния на конечные физико-механические свойства и структурно-фазовый состав полученных образцов НКМ. Модифицирование НКМ фуллереном  $C_{60}$  позволяет стабилизировать полученную наноструктуру и предотвратить рекристаллизацию матричного сплава до 270°С.

Экструдированные образцы НКМ демонстрируют повышенные значения механических свойств, при сохранении плотности на уровне 2,65–2,49 г/см<sup>3</sup>. Предел прочности при растяжении до 880 МПа, предел прочности при изгибе до 1100 МПа и микротвердость до 3300 МПа. Максимальное значение удельной прочности полученных НКМ составило 34 км (для НКМ типа АМг9 + 0,3 вес. %  $C_{60}$ ), что сопоставимо со свойствами некоторых угле- и стеклопластиков и некоторых титановых сплавов. Применение таких материалов перспективно в областях науки и техники где соотношение прочности изделия к его весу имеет ключевое значение.

*Работа выполнена при финансовой поддержке министерства образования и науки Российской Федерации, в рамках соглашения № 14.574.21.0162 от 26 сентября 2017 г., идентификационный номер проекта RFMEFI57417X0162.*

**И. А. Постников\***

Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва  
\* [postnikov.ivan@rambler.ru](mailto:postnikov.ivan@rambler.ru)

Научный руководитель – в. н. с., к. т. н. И. Ю. Хмелевская

## РЕГУЛИРОВАНИЕ И ОПТИМИЗАЦИЯ ПАРАМЕТРОВ ВОССТАНОВЛЕНИЯ ФОРМЫ ПРОМЫШЛЕННОЙ ПРОВОЛОКИ СПЛАВОВ Ti–Ni С ПАМЯТЬЮ ФОРМЫ

В работе исследовали свойства проволоки сплава Ti–Ni с эффектом памяти формы, из которой изготавливали термочувствительные элементы для термозапорных газовых клапанов. Проволока обладала нехарактерным для околоэквиатомного сплава низким значением сопротивления деформации, из-за чего клапан закрывался при комнатной температуре. В работе пытались увеличить сопротивление деформации проволоки путем проведения дополнительного волочения при пониженных температурах с целью увеличения деформационного наклепа, регулируя при этом температурный интервал восстановления формы и степень восстановления формы последеформационным отжигом.

*Ключевые слова:* эффект памяти формы, термозапорные газовые клапаны, Ti–Ni проволока, термомеханическая обработка, сплавы с памятью формы, последеформационный отжиг.

**I. A. Postnikov**

## REGULATION AND OPTIMIZATION OF FORM RECOVERY CHARACTERISTICS IN Ti–Ni WIRE WITH SHAPE MEMORY EFFECT

The properties of an industrial Ti–Ni wire with shape memory effect, that was used for making temperature sensing elements for thermal shutoff valves, were studied. Due to the low deformation resistance, which is untypical for near equi-atomic Ti–Ni alloys, the valve was closed at room temperature. There was an attempt to increase the deformation resistance, repeating the wire drawing at lower temperatures. The functional properties of the wire were regulated using the post-deformation annealing.

*Keywords:* shape memory effect, thermal shutoff valve, Ti–Ni wire, thermomechanical treatment, shape-memory alloys, post-deformation annealing.

Целью работы является выяснение причины и устранение «аномально» низкого сопротивления деформации проволоки сплава Ti–Ni с эффектом памяти формы, используемой для изготовления термочувствительных элементов (ТЧЭ) термозапорных газовых клапанов



(КТЗ). Проволока в результате «транспортных» испытаний прогибалась и КТЗ срабатывал при комнатной температуре (когда это не требуется).

Исследовали влияние разных режимов деформации волочением и последеформационных отжигов на фазовый состав при комнатной температуре и при температуре 150 °С, параметры решеток В2-аустенита и В19'-мартенсита, механические свойства, температурные и деформационные параметры восстановления формы проволоки сплава Ti - 50,1 ат. % Ni.

Установлено, что «аномально» низкое значение сопротивления деформации Ti-Ni проволоки при комнатной температуре обусловлено низким критическим напряжением образования и переориентации мартенситных фаз (90–100 МПа), что объясняется размягчением кристаллической решетки В2-аустенита из-за протекания фазового перехода в промежуточную R-фазу в непосредственной близости к комнатной температуре.

Сместить температуру фазового перехода в область более низких температур пытались путем термомеханической обработки [1,2]. Было проведено повторное волочение с вытяжкой  $\mu \approx 1,15$  до диаметра, допустимого в конструкции КТЗ, при пониженных по сравнению с традиционным теплым волочением при 650 °С температурах (450, 550 °С). Функциональные и механические свойства регулировали с помощью последеформационного отжига при минимально возможных для задания формы температурах (350, 400 °С) [3].

Использованные режимы позволили получить требуемый температурный интервал восстановления формы 70–100 °С при высоких значениях полностью обратимой деформации ( $\approx 9$ –10 %), однако повысить значение критического напряжения образования и переориентации мартенситных фаз, которое и обуславливает возможность деформации при низких напряжениях, не удалось. Рентгенофазовый анализ показал наличие большого количества R-фазы при комнатной температуре в образцах после использованных режимов обработки и в рекристаллизованном состоянии (закалка от 700 °С), что указывает на завышенное содержание никеля в твердом растворе по сравнению с номинальным ( $\geq 50,2$  ат. %) [4]. Повторный анализ химического состава проволоки методом растворения подтвердил отклонение химического состава в разных участках бунта от предоставленного производителем ТЧЭ в сертификате (50,4–50,7 ат. % Ni, а не 50,1 ат. % Ni). В сплавах с таким содержанием никеля при температуре 350–500 °С происходят процессы старения с выделением фазы  $Ti_3Ni_4$ , а мартенситное превращение протекает в 2 стадии через промежуточную R-фазу [5].

Таким образом, «аномально» низкое сопротивление деформации проволоки не может быть исправлено путем дополнительной деформации

и термообработки и проволока данного состава не может быть использована для изготовления ТЧЭ.

*Автор выражает благодарность научным руководителям: проф., д. ф.-м. н. С.Д. Прокошкину, в. н. с., к. т. н. И.Ю. Хмелевской.*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Prokoshkin S. D. Thermomechanical Treatment of TiNi Intermetallic-based Shape Memory Alloys / S. D. Prokoshkin, V. Brailovsky, K. E. Inaekyan // Materials Science Foundations. 2015. V. 81–82. P. 260–341.
2. Prokoshkin S. D. Structure and properties of severely cold-rolled and annealed Ti–Ni shape memory alloys / S. D. Prokoshkin, V. Brailovsky, K. E. Inaekyan // Materials Science & Engineering A. 2008. P. 114–118
3. Prokoshkin S. D. Structure and shape recovery characteristics of Ti–50.0% Ni thermomechanically treated industrial wire / S. D. Prokoshkin, I. Yu. Khmelevskaya, S. Y. Makushev // Abstr. Book ESOMAT 2009, Prague, Inst. Phys., 2009. P. 133
4. Prokoshkin S. D. On the lattice parameters of phases in binary Ti–Ni shape memory alloys / S. D. Prokoshkin, A. V. Korotitskiy, V. Brailovski // Acta Materialia, 2004. P. 4479–4492
5. Влияние старения на механическое поведение сплава Ti–50.7 % Ni / С. В. Олейникова [и др.] // Технология легких сплавов. 1990. № 4.

**И. И. Чумачков<sup>\*</sup>, А. А. Досымбетова, В. Е. Кормышев, Д. А. Романов**

Сибирский государственный индустриальный университет, г. Новокузнецк

<sup>\*</sup> putlife@mail.ru,

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук В. Е. Громов

## СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ИЗНОСОСТОЙКИХ НАПЛАВОК, МОДИФИЦИРОВАННЫХ ЭЛЕКТРОННО-ПУЧКОВОЙ ОБРАБОТКОЙ

В работе произведена наплавка износостойких покрытий на сталь Hardox 450 и их последующая электронно-пучковая обработка. Изучены износостойкость, микро- и нанотвердости покрытий, а также их структура и фазовый состав.

*Ключевые слова:* наплавка, микротвердость, электронный пучок, обработка, сталь.

***I. I. Chumachkov, A. A. Dosymbetova, V. E. Kormyshev, D. A. Romanov***

## STRUCTURE AND PROPERTIES OF WEAR-RESISTANT SURFACING, MODIFIED E-BEAM PROCESSING

In the work produced by the surfacing of wear-resistant coatings for steel Hardox 450 and subsequent electron-beam treatment. Studied wear resistance, micro and anotherdate coatings. And also their structure and phase composition.

*Keywords:* welding, microhardness, electron beam, processing, steel.

Проблема повышения эксплуатационной стойкости деталей машин и механизмов решается за счет целенаправленного изменения свойств их рабочих поверхностей за счет различных видов концентрированных потоков энергии. Получение покрытий с высокими эксплуатационными характеристиками, обеспечивающими повышение надежности и долговечности работы изделий в экстремальных условиях, характеризующихся повышенными механическими нагрузками, износом, коррозией, наличием агрессивных сред и циклическим воздействием, является фундаментальной задачей физики конденсированного состояния.

Целью настоящей работы явился сравнительный анализ структуры, фазового состава, дефектной субструктуры, трибологических и механических свойств покрытий, наплавленных на износостойкую сталь Hardox 450 электродуговым методом порошковыми (Fe–C–Nb–Cr–W) и (Fe–C–Ni–B) проволоками различного химического состава и модифицированных электронно-пучковой обработкой и установление природы упрочнения поверхности комбинированным методом.

Формирование наплавленного слоя на поверхность стали осуществляли в среде защитного газа состава 98%Ar,2%CO<sub>2</sub>, сварочный ток находился в пределах 250–300 А, а напряжение на дуге – 30–35 В для первых двух проволок и 350–400 А и U = 40–45В для третьей проволоки. Наплавку порошковыми проволоками проводили двумя способами: путем формирования наплавочного слоя в одном направлении и путем проведения перекрестной наплавки. В качестве дополнительной упрочняющей поверхностной обработки использована обработка интенсивными электронными пучками для высокоскоростного плавления поверхностного наплавленного слоя.

Результаты, полученные методами дифракционной электронной микроскопии тонких фольг, позволяют утверждать, что сталь Хардокс 450 в исходном состоянии (состоянии перед созданием наплавленного электродуговым методом слоя) имеет структуру, сформировавшуюся при низкотемпературном отпуске мартенсита пакетной морфологии. В объеме кристаллов мартенсита и на их границах, границах пакетов и зерен присутствуют наноразмерные частицы карбидной фазы (карбид железа, цементит)

В результате формирования наплавки образуется высокопрочный поверхностный слой толщиной не менее 6 мм, средняя величина микротвердости которого составляет 10,2 ГПа, что в 1,7 раза превышает микротвердость основы. Увеличение количества наплавленных слоев от одного до двух приводит лишь к некоторому увеличению (с 6,5 мм до 7,5 мм) толщины упрочненного слоя; величина твердости упрочненного слоя практически не зависит от количества наплавленного металла. Высокие прочностные свойства наплавленного слоя обусловлены, с одной стороны, формированием закалочной структуры (мартенсит), а с другой, образованием включений второй фазы. Основной упрочняющей фазой наплавленного слоя, не зависимо от количества проходов наплавочной проволоки, являются частицы карбида ниобия. Размеры включений карбида ниобия изменяются в пределах от 0,2 мкм до 1,5 мкм

В структуре переходного слоя (слой, разделяющий объем стали и наплавку) выявлено образование частиц специальных карбидов, а именно, карбидов хрома (Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub> и Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub>), карбида сложного состава типа M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> ((Fe, Cr)<sub>23</sub>C<sub>6</sub>) и, весьма редко, карбида вольфрама состава WC. Частицы специальных карбидов располагаются в объеме и на границах кристаллов мартенсита, имеют округлую форму; размеры частиц изменяются в пределах от 30 нм до 50 нм

Для слоя, наплавленного проволокой 2 исследования механических и трибологических свойств наплавленного слоя показали, что микротвердость при одном проходе изменяется в пределах 10,5...12,5 ГПа и ≈ 15 ГПа при двойном проходе, что в 2 и 3 раза, соответственно, выше микротвердости основы. При одном проходе износостойкость в 2 раза выше, а коэффициент

трения в  $\approx 2,2$  раза ниже соответствующих величин стали в исходном состоянии многофазной субмикро- и наноразмерной структуры, обусловленной закалочным эффектом (формирование ультрамелкой мартенситной структуры  $\alpha$ -фазы) и наличие включений боридов железа состава  $\text{Fe}_2\text{B}$  и  $\text{FeB}$  субмикронных размеров, формирующих эвтектику пластинчатого типа

Повышенные механические и трибологические свойства наплавленного слоя 3 обусловлены формированием многофазной субмикро- и наноразмерной структуры, упрочнение которой связано с формированием мартенситной структуры  $\alpha$ -матрицы и наличием высокой (более 50 %) объемной доли включений карбидной фазы на основе железа, хрома, вольфрама и ниобия ( $\text{Me}_{23}\text{C}_6$ ,  $\text{Fe}_3\text{C}$ ,  $\text{NbC}$ ,  $\text{Nb}_2\text{C}$ ,  $\text{Nb}_6\text{C}_5$ ,  $\text{V}_8\text{C}_7$  и др.).

Таблица

Результаты трибологических испытаний наплавки проволокой 3

Материал	$*V, 10^{-6}, \text{мм}^3/\text{Н}\cdot\text{м}$	$\langle\mu\rangle$
Сталь Хардокс 450	95,1	0,259
Наплавка одинарная	0,69	0,104
Наплавка двойная	0,69	0,132

$V$  – скорость износа, параметр, характеризующий степень изнашивания материала при испытаниях;  $\langle\mu\rangle$  – среднее значение коэффициента трения.

Облучение наплавленного слоя 1 высокоинтенсивным импульсным электронным пучком приводит к модифицированию поверхностного объема толщиной до 30 мкм. Структура модифицированного ЭПО слоя имеет элементы травления в 2 раза меньше, чем не модифицированного.

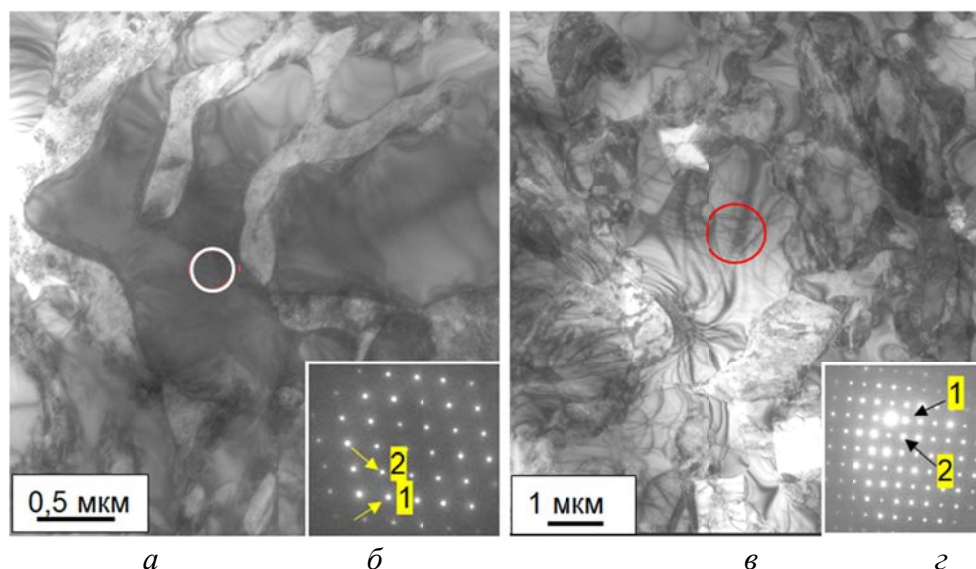


Рис. ПЭМ изображение структуры поверхности наплавленного проволокой 2 слоя после ЭПО; а, в – светлые поля, б, г – микроэлектронogramмы, полученные с областей, выделенных на а и в окружностями. Стрелками на б указаны рефлексы фазы  $\text{FeB}$ : 1 –  $[011]$ ; 2 –  $[111]$ ; на г указаны рефлексы фазы  $\text{V}_4\text{C}$ : 1 –  $[012]$ ; 2 –  $[110]$

Таким образом, облучение высокоинтенсивным импульсным электронным пучком сопровождается существенным уменьшением размеров зерен (с 5–7 мкм в наплавленном слое до 1,5–2 мкм в облученном) и частиц карбидной фазы, а также изменением морфологии частиц карбидной фазы облученного слоя. В совокупности это приводит к существенному снижению коэффициента трения наплавленного слоя, износостойкость которого более чем в 70 раз превышает износостойкость стали Хардокс 450

Сформированная облучением интенсивным импульсным электронным пучком структура наплавки характеризуется сравнительно высоким значением износостойкости, более чем в 20 раз превышающим износостойкость стали и более чем в 11 раз износостойкость наплавленного слоя, не модифицированного электронным пучком, и сравнительно низким (в  $\approx 3,5$  раза ниже коэффициента трения стали) значением коэффициента трения

Слой наплавленного металла, подвергнутый облучению интенсивным импульсным электронным пучком, находится в упруго-напряженном состоянии, о чем свидетельствуют многочисленные изгибные экстинкционные контуры, присутствующие в выделениях карбидной фазы

По результатам исследований сделаны следующие основные выводы.

1. Электродуговая наплавка (Fe–C–Cr–Nb–W) проволокой формирует независимо от количества проходов градиентную структуру, заключающуюся в закономерном изменении микротвердости, фазового состава и дефектной субструктуры модифицированного слоя материала. Микротвердость наплавленного слоя  $\sim$  в 2 раза превышает микротвердость металла основы; износостойкость наплавленного металла превышает износостойкость стали Хардокс 450  $\approx$  в 140 раз, при снижении коэффициента трения  $\approx$  в 2–2,5 раза.

2. Повышенные физико-механические свойства наплавленного слоя обусловлены формированием многофазной субмикро- и наноразмерной структуры, упрочнение которой связано с наличием в мартенсите  $\alpha$ -матрицы высокой объёмной доли ( $\approx 0,6$ ) включений карбидной фазы на основе железа, хрома, вольфрама и ниобия.

3. Наплавка, созданная Fe–C–Ni–B проволокой, формирует высокопрочный слой толщиной  $\approx 7$  мм с микротвердостью 10,5–12,5 ГПа при одном проходе и толщиной 10 мм с микротвердостью  $\approx 15$  ГПа при двойном, что в 2 и 3 раза, соответственно, выше микротвердости металла основы. Износостойкость наплавленного слоя  $\approx$  в 2 раза выше износостойкости исходной стали, а коэффициент трения в 2,2 раза ниже.

4. При наплавке за один проход (Fe–C–Ni–B) проволокой формируется эвтектика пластинчатого типа, содержащая субмикронные бориды состава  $\text{Fe}_2\text{B}$ , а при двойном наплавленном слое – FeB. Формирование закаленной ультрамелкой мартенситной структуры  $\alpha$ -фазы, высокая скалярная плотность дислокаций ( $\sim 10^{11} \text{ см}^{-2}$ ), наличие большого количества изгибных экстинкционных контуров дают дополнительный вклад в повышенные механические и трибологические свойства.

5. Электронно-пучковая обработка слоя, наплавленного (Fe–C–Cr–Nb–W) проволокой, сопровождается: существенным уменьшением размеров зерен и частиц карбидных фаз, увеличением плотности включений карбидной фазы, изменением их морфологии. В совокупности это приводит к снижению коэффициента трения наплавленного слоя в зависимости от режима наплавки в  $2 \div 3$  раза и увеличению износостойкости в  $30 \div 70$  раз по отношению к износостойкости стали Хардокс 450.

6. Модифицирование наплавленного (Fe–C–Ni–B) проволокой слоя импульсной электронно-пучковой обработкой выявило увеличение более чем в 20 раз износостойкости и снижение коэффициента трения в 4 раза по отношению к исходной стали. Основными фазами поверхности наплавки является ультрамелкая дисперсная мартенситная структура  $\alpha$ -фазы, карбобориды железа  $\text{Fe}_3(\text{B}_{0.7}\text{C}_{0.3})$  и борид железа состава  $\text{FeB}_2$ . Наплавленный слой состоит из фрагментированной (размеры фрагментов 30–10 нм) закаленной мартенситной структуры  $\alpha$ -фазы с высокой скалярной плотностью сетчатой дислокационной субструктуры  $\sim 10^{11} \text{ см}^{-2}$ , высокопрочных боридов железа состава  $\text{FeB}$  и карбида бора состава  $\text{B}_4\text{C}$ . Такое высокодефектное многофазное состояние определяет высокий комплекс физикомеханических свойств слоя после электронно-пучковой обработки.

7. Результаты работы применяются в учебном процессе и практико-научных исследованиях СибГИУ и внедрены на угольных и горнодобывающих предприятиях для защиты кузовов большегрузных автомобилей и ковшей экскаваторов от абразивного износа

*Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 16-32-60032 мол\_а\_дк и при финансовой поддержке Гранта Президента Российской Федерации для государственной поддержки молодых российских ученых – кандидатов наук МК-1118.2017.2.*

***М. Н. Ситкина\*, О. А. Яковцева, А. Д. Котов***

Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва

*\*sitkin96@mail.ru*

Научный руководитель – доц., канд. техн. наук *А. В. Михайловская*

## ДЕЙСТВИЕ АККОМОДАЦИОННЫХ МЕХАНИЗМОВ В ПРОЦЕССЕ СВЕРХПЛАСТИЧЕСКОЙ ДЕФОРМАЦИИ СПЛАВА AA7475

Процесс сверхпластического течения сплава AA7475 основан на сочетании трех основных механизмов: зернограницного скольжения (ЗГС), внутризеренного дислокационного скольжения (ВДС) и диффузионной ползучести (ДП). В ходе проведенной работы было доказано, что наибольший вклад в общую деформацию образца вносит зернограницное скольжение, в то время как ВДС и ДП выступают в роли аккомодационных процессов. Однако деформация за счет внутризеренного дислокационного скольжения незначительна, следовательно, основным аккомодационным механизмом в исследуемом сплаве является диффузионная ползучесть.

*Ключевые слова:* сверхпластичность, алюминиевые сплавы, механизмы сверхпластической деформации, зернограницное скольжение, диффузионная ползучесть, внутризеренное дислокационное скольжение.

***M. N. Sitkina, O. A. Yakovtseva, A. D. Kotov***

## ACCOMMODATION MECHANISMS ACTIVITY OF THE SUPERPLASTIC DEFORMATION IN AA7475 ALLOY

The process of superplastic flow of the AA7475 alloy is based on a combination of three main mechanisms: grain boundary sliding (GBS), dislocation slip and diffusion creep. In the course of the work it was proved that the greatest contribution of the overall deformation of the sample is made by grain-boundary sliding, while dislocation slip and diffusion creep were acted as accommodative processes. However, deformation due to dislocation slip is insignificant, therefore, diffusion creep is the main accommodative mechanism in the investigated alloy.

*Keywords:* superplasticity, aluminum alloys, mechanisms of superplastic deformation, grain boundary sliding, diffusion creep, dislocation slip.

Алюминиевые сплавы способны достигать больших удлинений (до 1000 %) [1, 2] без образования шейки во время сверхпластической деформации (СПД). Благодаря сочетанию высоких механических и



технологических свойств, сплав системы Al–Zn–Mg–Cu (AA7475) находит широкое применение для изготовления изделий сложной конфигурации методом сверхпластической формовки [3, 4].

На данный момент проведено много исследований [5–7], выявляющих механизмы сверхпластической деформации в сплаве AA7475. Ученые пришли к выводу, что основной механизм СПД – зернограницное скольжение. Однако сильное развитие ЗГС во время деформации образца вызывает появление пор вследствие смещения и смены соседей зернами. Для предотвращения сильной пористости во время деформации подключаются в процесс и аккомодационные механизмы. Действие аккомодационных механизмов обеспечивает приспособление и перестройку зерен в процессе сверхпластического течения. Такими процессами являются внутризеренное дислокационное скольжение и диффузионная ползучесть [8]. Для установления природы сверхпластического течения важно изучать и устанавливать взаимосвязь действующих механизмов.

Целью работы являлось изучение действия аккомодационных механизмов в сплаве AA7475 и их вклад в общую деформацию.

Для исследования был получен сплав, состав которого выбран в пределах марки AA7475: 5,9 % Zn, 2,2 % Mg, 1,7 % Cu, 0,2 % Cr. Полученные стандартные образцы, толщиной 1 мм, шириной рабочей части 6 мм и длиной 14 мм, подвергали высокоскоростному отжигу в селитряной ванне (при 500 °С) с целью измельчения зерна перед сверхпластической деформацией. В результате средний размер зерна уменьшился с  $(8,9 \pm 0,4)$  до  $(7,2 \pm 0,2)$  мкм. Проводили испытания со скачковым повышением скорости в интервале температур 480–530 °С, определена оптимальная температура испытаний – 500 °С. Скорость деформации  $2 \times 10^{-3}$  с<sup>-1</sup> была выбрана как максимальная, позволяющая получить сверхпластичность в сплаве.

Методика определения вкладов ЗГС и ВДС заключалась в измерении смещений маркерных линий или царапин на поверхности образца в процессе сверхпластического течения. Маркеры наносились на полированную поверхность в виде сеток при помощи ионного микроскопа «STRATA FIB 205» или царапин при помощи алмазной пасты. Размер сетки составлял 100x100 мкм с шагом 10 мкм и 2,5 мкм. Шаг 2,5 мкм был выбран с учетом среднего размера зерна после высокоскоростного отжига с целью изучения внутризеренного дислокационного скольжения. Глубина сетки составила 2 мкм. Образцы последовательно деформировали до 0.86 на разрывной машине в атмосфере аргона для предотвращения окисления поверхности во время СПД.

Поверхность образцов на разных стадиях деформации изучали методом электронно-сканирующей микроскопии. Рассчитан вклад ЗГС в сплав AA7475 по смещениям маркеров, значение достигает 55 % в общую

деформацию, следовательно ЗГС – это основной механизм. По смещениям царапин также был посчитан вклад внутризеренного дислокационного скольжения, он не превысил 5 % и незначителен во время последовательного увеличения степени деформации.

На рис. 1 представлена поверхность образцов в процессе деформации, видно, что сверхпластическое течение сопровождается образованием по границам зерен характерного складчатого рельефа. При дальнейшем увеличении степени деформации ширина складчатых областей увеличивается. Складчатые зоны могут быть связаны и с диффузионной составляющей и с дислокационной.

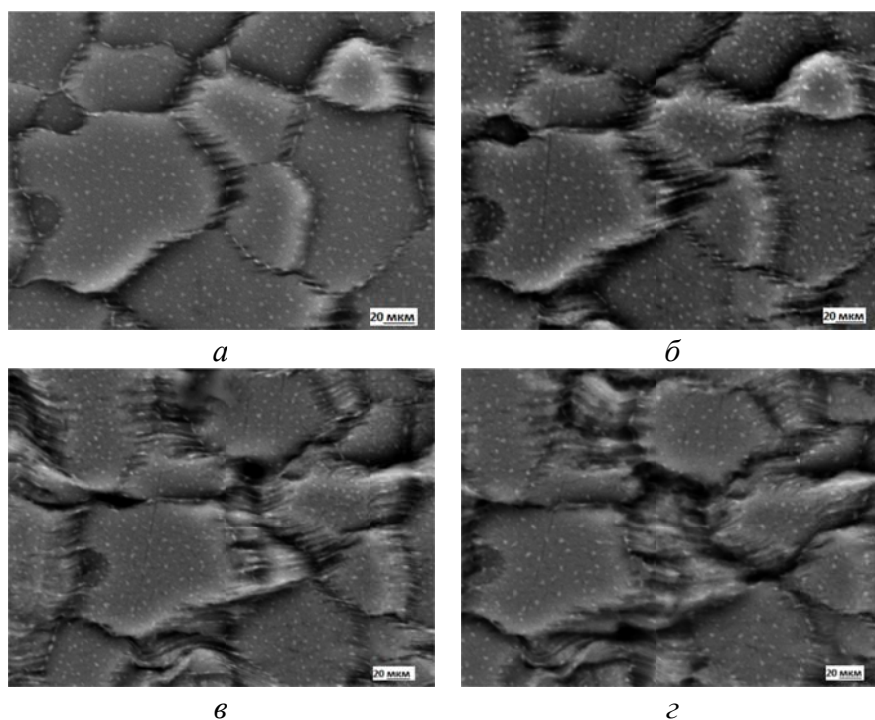


Рис.1. Поверхность образцов после сверхпластической деформации:  
 а – ( $\epsilon = 0,46$ ), б – ( $\epsilon = 0,63$ ), в – ( $\epsilon = 0,68$ ), г – ( $\epsilon = 0,86$ )

Для четкого понимания, какой из аккомодационных механизмов является основным, была рассмотрена структура в просвечивающем электронном микроскопе. Дислокационная структура, представлена на рис. 2. В исследуемом сплаве дисперсные частицы распределены как в теле зерен, так и по их границам до деформации. В процессе сверхпластической деформации происходит образование зон, свободных от выделений, что говорит об активизации диффузионных процессов, а именно действию диффузионной ползучести. Вклад диффузионной ползучести сильно увеличивается с увеличением степени деформации (размер зон свободных от выделений существенно растет), тогда как сильной дислокационной активности не наблюдается.

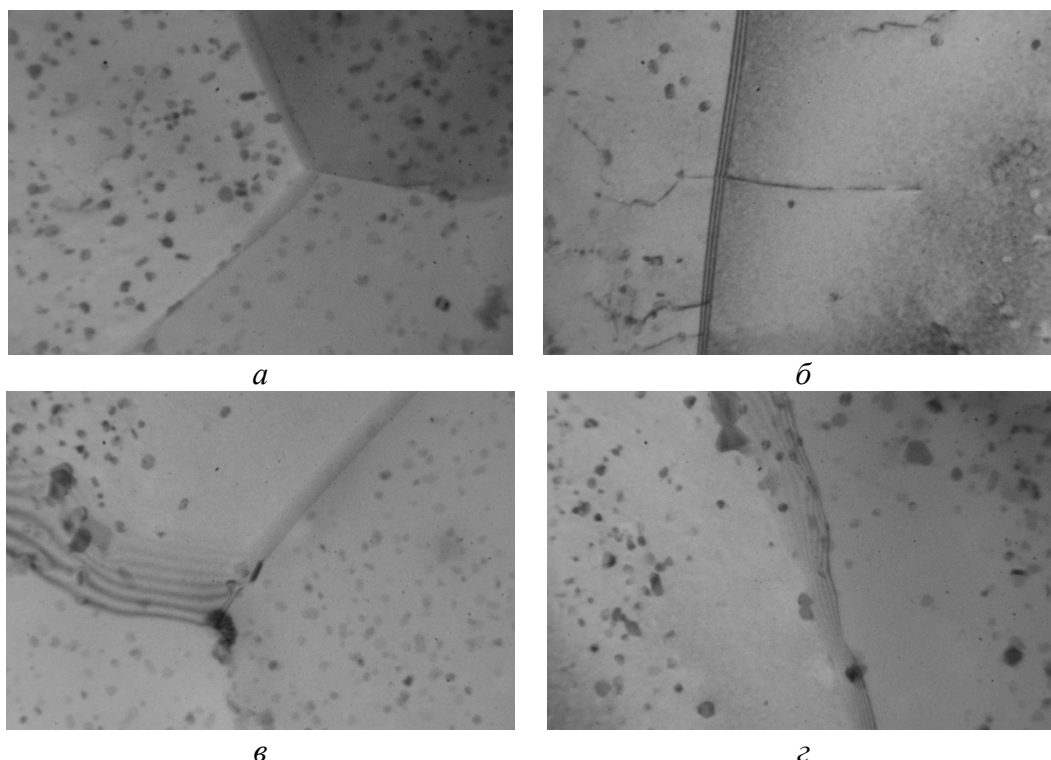


Рис.2. Дислокационная структура сплава АА7475: *а* – перед сверхпластической деформацией, *б* – ( $\epsilon=0,17$ ), *в* – ( $\epsilon=0,41$ ), *з* – ( $\epsilon=0,69$ )

В заключении можно сделать вывод, что зернограничное скольжение является основным механизмом сверхпластической деформации в сплаве АА7475 и его вклад 55 %. Вклад внутризеренного дислокационного скольжения не превышает 5 % и, следовательно, практически не участвует в процессе деформации. Основным аккомодационный механизм деформации – диффузионная ползучесть, вклад которой сильно растет с увеличением степени деформации.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Гранта Президента № МК-2301.2017.8.*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Smolej M. The influence of the thermomechanical processing and forming parameters on superplastic behaviour of the 7475 aluminium alloy / M. Smolej, E. Gnamus // Journal of materials processing technology. 2001. V. 118. P. 397–402.
2. Chen C. L. Effect of grain boundary character distribution (GBCD) on the cavitation behaviour during superplastic deformation of Al 7475 / C. L. Chen, M. J. Tan // Materials Science and Engineering. 2002. V. 338. P. 243–252.

3. Mahmoud A. E. Superplastic Characteristics of fine-grained 7475 / A. E. Mahmoud, S. S. Mahmoud // Journal of Materials Engineering and Performance. 2006. V. 15. P. 76–80.
4. Superplastic deformation behavior of 7075 aluminum alloy / T. Sahraoui [et al.] // Journal of Materials Engineering and Performance. 2003. V. 12. P. 398–401.
5. Lin Z. R. An investigation of grain boundary sliding in superplasticity at high elongations. / Z. R. Lin, A. H. Chokshi, T. G. Langdon // Journal of materials science. 1988. V. 23. P. 2712–2722.
6. Portnoy V. K. Evaluation of grain boundary sliding contribution to the total strain during superplastic deformation. / V. K. Portnoy, I. I. Novikov // Scripta Materialia. 1998. V. 40. P. 39–43.
7. Mukhopadhyay P. Deformation characterization of superplastic AA7475 alloy / P. Mukhopadhyay, S. Biswas, A. H. Chokshi // 2009. V. 62. P. 149–152.
8. О. А. Кайбышев. Сверхпластичность промышленных сплавов. Москва : Металлургия, 1984. 265 с.

***Р. Е. Виноградов<sup>\*</sup>, А. А. Борисов, А. В. Шалин***

Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет),  
г. Москва

<sup>\*</sup>*R\_vinogradov@mail.ru*

## НОВЫЙ КОМПОЗИЦИОННЫЙ МАТЕРИАЛ ИЗ УГЛЕПЛАСТИКОВОЙ МАТРИЦЫ И АРМИРУЮЩИХ ЭЛЕМЕНТОВ ИЗ НИКЕЛИДА ТИТАНА

Исследован композиционный материал (КМ) из углепластиковой матрицы и армирующих элементов в виде проволоки из никелида титана. В работе приведены циклические и статические испытания материала на трехточечный изгиб, в результате которых была выявлена зависимость роста показателей упругой деформации и усталостной долговечности от объемной доли армирующего элемента при одинаковой жесткости образцов. Показана возможность применения данного композиционного материала для производства ортопедических держателей стопы.

*Ключевые слова:* никелид титана, композиционный материал, углепластик, механические свойства, механические испытания, титановые сплавы, эффект памяти формы.

***R. E. Vinogradov, A. A. Borisov, A. V. Shalin***

## NEW COMPOSITE MATERIAL FROM THE CARBON FIBER MATRIX AND THE REINFORCING ELEMENTS FROM NIKELID OF THE TITAN

The investigated composite material (KM) of a carbon matrix and reinforcing elements in the form of wires of Nickel titanium. The paper presents the cyclic and static testing of material on a three-point bending, in which was revealed the dependence of the growth rates of elastic strain and fatigue life from the volume fraction of the reinforcing element with the same rigidity of the samples. The possibility of using this composite material for manufacturing orthopedic foot holders.

*Keywords:* titanium nickelide, composite material, carbon fiber, mechanical properties, mechanical testing, rigidity, shape memory effect.

В настоящее время все большее применение в различных областях промышленности и медицины находят материалы, обладающие особыми физико-механическими свойствами. Таким образом, композитные материалы могут послужить основой для исследований и разработки материалов, обладающих необходимыми свойствами. Уже созданы различные КМ с разными свойствами: электрическими, магнитными и др.

[1]. В них матрица КМ обеспечивает конструкционную прочность, а армирующий элемент отвечает за физические и механические свойства. Кроме того, создаются КМ, обладающие эффектом памяти формы и сверхупругости [2]. В этих КМ в качестве армирующего элемента применяется никелид титана [3] в виде волокна или проволоки. Этот сплав способен восстанавливать свою форму при нагреве (эффект памяти формы) или разгрузке (сверхупругость). Чтобы никелид титана мог в полной мере реализовать свои функциональные свойства, матрица должна обладать достаточной деформируемостью, которую могут обеспечить полимерные материалы.

К изделиям в медицинской промышленности предъявляются специальные требования по жесткости, величине упругой деформации и надежности (циклической долговечности). Достаточно часто эти требования противоречат друг другу, и тогда возникает необходимость в их общей оптимизации. К примеру, для стоподержателей из углепластика повышение прочности и долговечности за счет увеличения числа слоев углеволокна и критических размеров изделий приводит к возрастанию жесткости и снижению упругой деформации, что приводит к нарушению упругого деформирования при ходьбе. И армирование проволокой из никелида титана должно решать эти проблемы: повышать циклическую долговечность конструкции и сохранять необходимую жесткость и упругую деформацию.

В данном исследовании в качестве армирующего элемента использовалась проволока сплава марки ТН1(55,7%Ni) диаметром 1 и 2,3 мм. Последним этапом термической обработки проволоки было теплое волочение при 500 °С, в результате которого была сформирована деформационная структура с большим количеством дефектов, что обеспечивало проявление сверхупругих свойств. Для изготовления образцов использовали препреги, которые состоят из углепластиковых волокон, пропитанных полимерными связующими. Образцы КМ изготавливали в виде пластин 200 × 25 мм (рис. 1) с различной толщиной, которая зависела от наличия армирующих элементов и количества слоев углеволокна. Изготовление происходило на гипсовом позитиве с низкой влажностью (порядка 7 %), покрытом пленкой ПВХ. 2 слоя были из плетеной углеткани, после чего от 6 до 9 слоев направленной углеткани, и для последних 2 слоев вновь использовалась плетенная углеткань. Позитив устанавливается в вакуумную печь, где поддерживается с отрицательное давление в 1 атм, температура в печи увеличивается со скоростью 3 град. в минуту, пока не достигнет 120 град, после чего происходит выдержка в течение 2-х часов, после чего печь охлаждается со скоростью 3 град. в минуту.

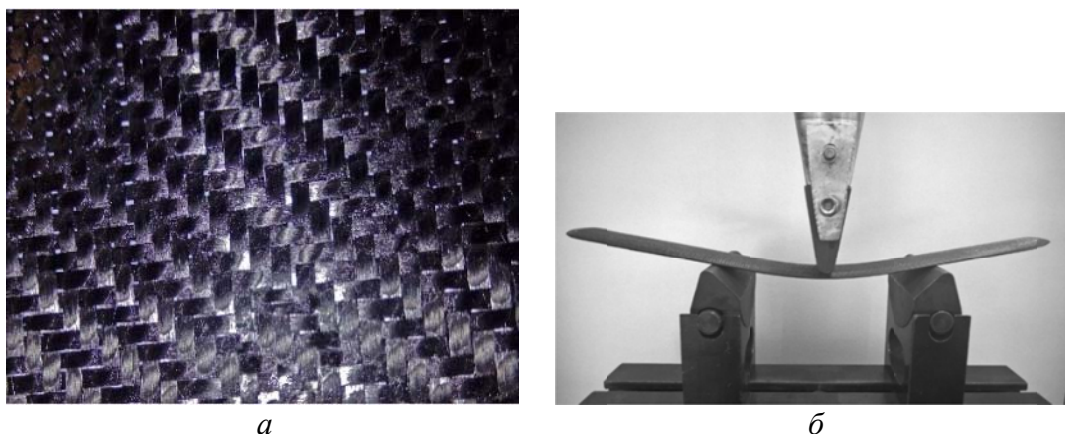


Рис 1. Полимерные слои углеволоконной матрицы, используемые для КМ в настоящей работе (а), и образец, закрепленный в захватах для испытаний на изгиб (б)

На первом этапе, образцы, которые имели одинаковое число слоев углеволокна и различное количество армирующих элементов из никелида титана, подвергались испытаниям на изгиб до разрушения. Армированные образцы выдерживали более высокие нагрузки и не распадались на отдельные части, сохраняя целостность срединных слоев, в отличие от образцов без армирования, которые достаточно быстро разрушались после достижения максимальной нагрузки.

Увеличение количества слоев увеличивает жесткость образца. Наличие армирующего элемента в виде проволоки из никелида титана приводит к значительному изменению жесткости КМ, которая не подчиняется закону аддитивности жесткости входящих компонентов: три армирующих элемента из никелида титана (без углеволоконной матрицы) имеют жесткость при изгибе 10 Н/мм, а исходная матрица, состоящая из 12 слоев углеволокна – 163 Н/мм. В то время, как такой образец имел жесткость 311 Н/мм – максимальную среди различных по количеству слоев и армирующих элементов образцов. Было показано, что уменьшение диаметра проволоки с 2,3 до 1 мм практически не изменяет механическое поведение КМ. Хотя при использовании проволоки меньшего диаметра было замечено некоторое увеличение упругого прогиба–деформации, которая исчезает после разгрузки, что, вероятно, связано с увеличением адгезионной прочности из-за увеличения удельной поверхности проволоки.

На следующем этапе проводились усталостные испытания, в которых образцы с 9 слоями углеволокна и образцы с 6 слоями и 2 армирующими элементами из никелида титана подвергались циклическому нагружению с постоянной составляющей прогиба, равной 3 мм и амплитудой  $\pm 1$  мм. Во время испытаний максимальное усилие в цикле нагружения составляло приблизительно 1000 Н и сохранялось для обоих видов образцов до  $10^5$  циклов. При повторном испытании на образцах без армирования появлялись трещины, интенсивный рост

которых вызывал снижение максимальной нагрузки в цикле. Образцы, армированные никелидом титана, были сняты с испытаний без видимых признаков усталостного разрушения.

Полученные закономерности механического поведения КМ с армирующими элементами из никелида титана были учтены при разработке технологии изготовления опытного образца стоподдержателя, в конструкции которого использовался КМ, состоящий из 6 слоев углеволокна и двух проволочных армирующих элементов из сплава на основе сплава никелида титана диаметром 2,3 мм. Применение данного материала позволило обеспечить необходимые конструкции свойства – сочетание жесткости и упругой деформации.



Рис 2. Опытный образец стоподдержателя из КМ

*Исследования выполнены в рамках проектной части государственного задания вузам № 11.2372.2017/ПЧ с использованием оборудования ресурсного центра коллективного пользования «Авиационно-космические материалы и технологии» МАИ.*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Абузин Ю. А. Функциональные металлические композиционные материалы и технологии в машиностроении / Ю. А. Абузин // Арматуростроение. 2010. № 6 (69). Р. 52–54.
2. Разработка композиционных материалов никелид-титана – полимер с эффектом запоминания формы / М. Ю. Коллеров [и др.] // сб. «Научные труды МАТИ» им К. Э. Циолковского. Москва : ЛАТМЭС, 1999. В. 2 т. С. 42–46.
3. Сплавы с эффектом памяти формы / К. Ооцука [и др.], ред. Фунакубо Х., пер. с японск. Москва : Металлургия, 1990. 224 с.



**Д. И. Сирота<sup>\*</sup>, Е. Ю. Краюшкина<sup>\*\*</sup>, В. С. Климачев<sup>\*\*\*</sup>**

Брянский государственный технический университет, г. Брянск

*\*sirota.david@yandex.ru; \*\*senichenkova@mail.ru; \*\*\*kvs250399@yandex.ru*

## ОСОБЕННОСТИ РАСПРОСТРАНЕНИЯ ЭЛЕКТРОМАГНИТНОЙ ВОЛНЫ В ПЛОСКОСЛОИСТОЙ СРЕДЕ И ЕЕ ТРАНСФОРМАЦИЯ В СПИНОВУЮ В ОКРЕСТНОСТИ ЧАСТОТЫ АНТИФЕРРОМАГНИТНОГО РЕЗОНАНСА В ФЕРРОМАГНЕТИКЕ

Показано влияние гиротропии на процесс возбуждения спиновых волн электромагнитной при частотах антирезонанса вблизи ориентационного фазового перехода в неоднородной плоскостой среде. Резонансное поглощение электромагнитной энергии вблизи особенности является причиной возбуждения спиновых колебаний, которые устраняют расходимость, активируя распространение спиновой волны при учете ее дисперсии в тензоре магнитной восприимчивости.

*Ключевые слова:* спиновые волны, ориентационный фазовый переход, плоскостойкая среда.

***D. I. Sirota, E. Yu. Krayushkina, V. S. Klimachev***

## SINGULARITY OF THE OF ELECTROMAGNETIC WAVE PROPOGATION IN A PLANE-LAYER ENVIRONMENT AND ITS TRANSFORMATION IN SPIN IN THE NEIGHBORHOOD OF THE FREQUENCY OF ANTIFERROMAGNETIC RESONANCE IN FERROMAGNETS

The influence of gyrotropy on the process of excitation of electromagnetic spin waves at antirezonance frequencies near the orientational phase transition in inhomogeneous plane-layered environment. Resonant absorption of electromagnetic energy near the singularity is the cause of the excitation of spin oscillations, which eliminate divergence, activating the propagation of the spin wave, taking into account its dispersion in the magnetic susceptibility tensor.

*Keywords:* spin waves, orientational phase transition, plane-layered environment.

В настоящее время интенсивно изучаются электродинамические свойства композиционных материалов с искусственными управляемыми структурами [1–4], созданию которых может способствовать наличие неустойчивости магнитного состояния в окрестности полевого либо температурного ОФП. Дело в том, что в магнитоупорядоченных материалах могут эффективно возбуждаться и распространяться

слабозатухающие электромагнитные волны на высоких частотах с длиной волны в интервале  $10^{-4}$ – $10^{-1}$  см., то есть во много раз меньше чем в вакууме. Эти волны носят название дипольных спиновых волн. Интерес представляет также возможность легко возбуждать в эксперименте как прямые, так и обратные волны [5].

Эффективным механизмом возбуждения спиновых волн является волновой процесс в неоднородной среде вблизи «точек поворота», в которых возникает не скомпенсированный дипольный момент, резонансная раскачка которого электромагнитной волной является источником спиновой волны, как было показано еще в работах [6–9].

Будем полагать периодическую плоскостную магнитную среду в виде чередующихся противоположно намагниченных слоев. Одноосная ферромагнитная среда с осью анизотропии ориентированной вдоль оси Oz расположена в плоскости XOY прямоугольной системы координат. Магнитные слои расположены в плоскости YOZ, причем слои с положительной ориентацией магнитного момента имеют толщину  $l_1$ , а слои с отрицательной ориентацией –  $l_2$ . Пусть вектор напряженности магнитного поля **H**, распространяющейся электромагнитной волны, лежит в плоскости XOY, вектор напряженности электрического поля волны **E** ориентирован вдоль оси OZ (ТЕ-волна) причем длина волны  $\lambda \gg l_1 + l_2$ . Далее полагаем, например, наличие градиента температуры вдоль оси Ox. В окрестности температурного ОФП частота ферромагнитного резонанса меняется с изменением температуры, что приводит к зависимости от координаты  $x$  тензора магнитной проницаемости  $\overleftrightarrow{\mu}(x)$  слоев, данная ситуация также может иметь место и при градиенте кристаллографической анизотропии другой природы, либо магнитного и электрического полей.

Дифференциальное уравнение, описывающее распространение электромагнитной волны в плоскостной среде в рассматриваемой модели имеет вид:

$$\frac{\partial \mu_{yx}^{-1}}{\partial x} \frac{\partial E_z}{\partial y} - \frac{\partial}{\partial x} \left( \mu_{yy}^{-1} \frac{\partial E_z}{\partial x} \right) - \frac{\partial}{\partial y} \left( \mu_{xx}^{-1} \frac{\partial E_z}{\partial y} \right) = \frac{1}{c^2} \frac{\partial^2 E_z}{\partial t^2}, \quad (1)$$

где  $c$  – скорость света в вакууме.

Решение этого уравнения в дальнейшем будем искать в виде:

$E_z = E(x) \exp(i(ky - \omega t))$ , здесь  $k$  – модуль волнового вектора, а  $\mu_{xx}^{-1}, \mu_{yx}^{-1}$  компоненты тензора обратного тензору  $\overleftrightarrow{\mu}(x)$  в виде:

$$\mu_{yy}^{-1} = \mu_{xx}^{-1} = \frac{\mu}{\mu^2 - \mu_a^2} = \chi; \quad \mu_{yx}^{-1} = (-1)^n \frac{i\mu_a}{\mu^2 - \mu_a^2} = (-1)^n \chi_a, \quad (2)$$

$$\mu = 1 + \frac{2\Omega\omega_f - i\omega\gamma}{\Omega^2 - \omega^2 - i\omega\Omega_f\gamma/\omega_f}; \quad \mu_a = \frac{2\omega\omega_f}{\Omega^2 - \omega^2 - i\omega\Omega_f\gamma/\omega_f} \quad (3)$$

Здесь  $\Omega = \Omega_f$  – частота ферромагнитного резонанса, являющаяся функцией координаты  $x$ ,  $\omega_f = 2\pi g M_o$ ,  $M_o$  – плотность намагниченности подрешетки,  $g$  – гиромагнитное отношение,  $n$  – номер слоя,  $\gamma$  – коэффициент трения.

Усредним уравнение (1) по периоду плоскостной среды  $l = l_1 + l_2$  (среднее значение будем обозначать чертой сверху). Следуя [4, 10] эффективные компоненты обратного тензора магнитной проницаемости вводятся в уравнение (1), исходя из того, что в нашей ситуации  $E_z$  непрерывна на границах, разделяющих слои, и с точностью до величин порядка  $l/\lambda \ll 1$  постоянна в пределах периода.

В уравнении (1) процедуре усреднения подвергнем первое слагаемое, усреднение остальных происходит аналогично, следующим образом:

$$\frac{1}{l} \int_x^{x+l} \frac{\partial \mu_{yx}^{-1}}{\partial x'} \frac{\partial E_z}{\partial y} dx' = \left(\frac{l_1}{l}\right) \frac{\partial \bar{E}_z}{\partial y} \frac{1}{l_1} \int_x^{x+l_1} \frac{\partial \mu_{yx}^{-1}}{\partial x'} dx' + \left(\frac{l_2}{l}\right) \frac{\partial \bar{E}_z}{\partial y} \frac{1}{l_2} \int_{x+l_1}^{x+l_1+l_2} \frac{\partial \mu_{yx}^{-1}}{\partial x'} dx' = \left(\frac{l_1}{l} - \frac{l_2}{l}\right) \frac{\partial \chi_a}{\partial x} \frac{\partial \bar{E}_z}{\partial y}. \quad (4)$$

Усредненное уравнение (1) принимает вид:

$$v \frac{\partial \chi_a}{\partial x} \frac{\partial \bar{E}_z}{\partial y} - \frac{\partial}{\partial x} \left( \chi \frac{\partial \bar{E}_z}{\partial x} \right) - \frac{\partial}{\partial y} \left( \chi \frac{\partial \bar{E}_z}{\partial y} \right) = \frac{1}{c^2} \frac{\partial^2 \bar{E}_z}{\partial t^2}. \quad (5)$$

Здесь  $v \chi_a = \mu_{yx}^{-1}$ ,  $v = l_1/l - l_2/l$ .

На данном этапе мы опустим дисперсию и затухание в выражениях (2), (3).

Поскольку частота ферромагнитного резонанса в нашей ситуации зависит от координаты, то будем полагать наличие антирезонанса  $\mu^2 - \mu_a^2 = 0$  в точке  $x = 0$ .

Антирезонанс в точке  $x = 0$  реализуется при частоте ферромагнитного резонанса  $\Omega_f$ , удовлетворяющей условию:  $\Omega_f = \Omega_0 = \omega - 2\omega_f$

Тогда в окрестности  $x = 0$  запишем компоненты обратного тензора в виде:  $\mu_{xx}^{-1} = \mu_{yy}^{-1} = -b/x$ ,  $\mu_{yx}^{-1} = ivb/x$ .

Здесь  $b = \omega_f / \frac{d\Omega}{dT} \cdot \frac{dT}{dx}$ .

Примем  $dT/dx < 0$ , чтобы обеспечить  $b > 0$ , так как обычно  $d\Omega/dT < 0$ .

Подставив полученные выражения, в уравнение (5) получим:

$$\frac{\partial}{\partial x} \left( \frac{1}{x} \frac{\partial \bar{E}}{\partial x} \right) + \left[ \left( \frac{kv}{x^2} \right) - \left( + \frac{k^2}{x} + \frac{\omega^2}{bc^2} \right) \right] \bar{E}(x) = 0 \quad (6)$$

Напряженность магнитного поля можно вычислить согласно усредненным уравнениям Максвелла в виде:

$$\bar{H}_x = \frac{ic}{\omega} \left( \mu_{xx}^{-1} \frac{\partial E_z}{\partial y} + \mu_{yx}^{-1} \frac{\partial E_z}{\partial x} \right) = -\frac{icb}{\omega x} \left( \frac{\partial \bar{E}_z}{\partial y} - iv \frac{\partial \bar{E}_z}{\partial x} \right), \quad (7)$$

$$\bar{H}_y = \frac{ic}{\omega} \mu_{yx}^{-1} \frac{\partial E_z}{\partial y} - \mu_{xx}^{-1} \frac{\partial E_z}{\partial x} = \frac{icb}{\omega x} \left( iv \frac{\partial \bar{E}_z}{\partial y} + \frac{\partial \bar{E}_z}{\partial x} \right) \quad (8)$$

Усреднение в выражениях (7) и (8) проводилось аналогично процедуре в выражении (4).

Для выяснения особенностей при распространении электромагнитной волны проведем численное решение уравнения (6), при этом полагаем, что неоднородная среда слева граничит с бесконечной

аналогичной однородной средой, при отсутствии скачка намагниченности. Начальные условия записывались, исходя из непрерывности касательных составляющих напряженностей электрического и магнитного полей к плоскости YOZ.

Графики зависимостей  $[Re(E_z/E_0)]^2$  и  $[Re(H_x/E_0)]^2$  от параметра  $t = |k|x$  показаны на рис. 1–2. На рисунке 2 видна расходимость  $Re(H_x)$  при  $t = 0$ , когда  $|\nu| < 1$ .

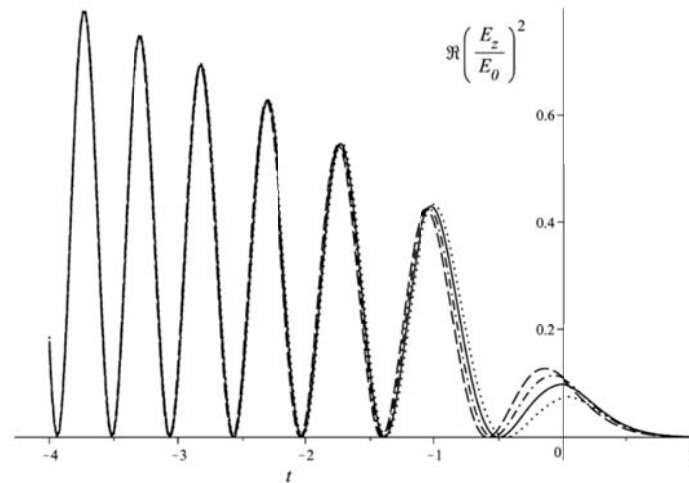


Рис. 1. Зависимость  $[Re(E_z/E_0)]^2$  от параметра  $t = |k|x$  при различных значениях параметра  $\nu$  (—  $\nu = -1$ , —  $\nu = 0$ , ...  $\nu = 0.5$ , - · -  $\nu = -0.5$ )

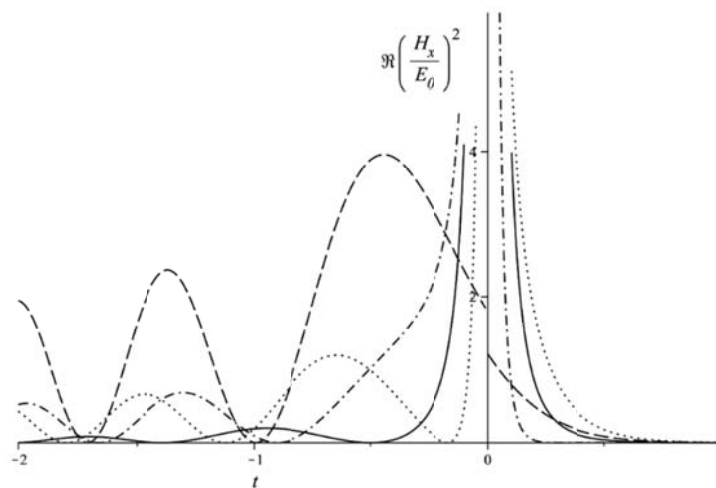


Рис. 2. Зависимость  $[Re(H_x/E_0)]^2$  от параметра  $t = |k|x$  при различных значениях параметра  $\nu$  (—  $\nu = -1$ , —  $\nu = 0$ , ...  $\nu = 0.5$ , - · -  $\nu = -0.5$ )

Наличие особенности в точке  $x = 0$  может являться источником спиновой волны, поскольку в этой точке возникает не скомпенсированный магнитный момент  $m$ .

Анализ численных расчетов показывает, что, если размеры слоев с разной намагниченностью различны ( $0 < |\nu| < 1$ ), то есть в среднем среда

гиротропна, то наличие антисимметричной части тензора магнитной проницаемости не приводит к устранению расходимостей в амплитудах электромагнитных и спиновых волн как и в работе [8], где гиротропия отсутствует. Если же  $\nu = 1$ , то особенности устраняются и прекращается резонансная генерация спиновых волн. Таким образом, изменение степени гиротропности, позволяет управлять интенсивностью генерации спиновых волн.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Мословский С. И. К возможности создания искусственных сред с одновременно отрицательными диэлектрической и магнитной проницаемостями // Письма в ЖТФ. Т. 29. № 1, 2003. С. 69–74.
2. Вендик И. В. Искусственная диэлектрическая среда, обладающая одновременно отрицательной диэлектрической и отрицательной магнитной проницаемостями / И. Б. Вендик, О. Г. Вендик, М. С. Гашинова // Письма в ЖТФ. 2006. Т. 32. № 10. С. 30–39.
3. Булгаков А. А. Дисперсия и неустойчивости электромагнитных волн в полупроводниковых слоисто-периодических структурах / А. А. Булгаков, О. В. Шрамкова // ЖТФ. 2003. Т. 73. № 3. С. 87–95.
4. Елисеева С. В. Дисперсия объемных и поверхностных электромагнитных волн в бигиротропной мелкослоистой среде феррит-полупроводник / С. В. Елисеева, Д. И. Семенцов, М. М. Степанов // ЖТФ. 2008. Т. 78. № 10. С. 70–77.
5. Вашковский А. А. Прямые и обратные неколлинеарные волны в магнитных пленках / А. В. Вашковский, Э. Г. Локк // УФН. 2006. Т. 176. № 5. С. 557–562.
6. Schlöman E. Generation of Spin Waves in Nonuniform Magnetic Fields. I. Conversion of Electromagnetic Power into Spin-Wave Power and Vice Versa / E. Schlöman // J. Appl. Phys. 1964. V. 35. № 1. P. 159–166.
7. Schlöman E. Generation of Spin Waves in Nonuniform dc Magnetic Fields. II. Calculation of the Coupling Length / E. Schlöman, R. I. Joseph // J. Appl. Phys. 1964 V. 35. № 1. P. 167.
8. Сирота Д. И. / Трансформация электромагнитных волн в спиновые вблизи частот антирезонанса в окрестности ориентационного фазового перехода / Д. И. Сирота, А. Ф. Журавлев // ФТТ. 1991. Т. 33. № 9. С. 2627–2631.
9. Гуляев Ю. В. Механизм эффективного электромагнитного возбуждения обменных спиновых волн в неоднородных ферритовых пленках / Ю. В. Гуляев, П. И. Зильберман, А. Г. Тимирязев // Письма в ЖТФ. 1995. Т. 21. № 19. С. 27–31.
10. Agranovich V. M. Dielectric permeability and influence of external fields on optical properties of superlattices / V. M. Agranovich // Solid State Commun. 1991. V. 78. № 8. P. 747–750.

**И. В. Куксгаузен<sup>\*</sup>, И. В. Киреева, Ю. И. Чумляков, Д. А. Куксгаузен,  
З. В. Победенная**

Сибирский физико-технический университет Томского государственного университета,  
г. Томск

<sup>\*</sup>*irbas@sibmail.com*

## ВЛИЯНИЕ СТАРЕНИЯ НА ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА МОНОКРИСТАЛЛОВ СПЛАВА CoNiGa

На [001]-монокристаллах  $\text{Co}_{49}\text{Ni}_{21}\text{Ga}_{30}$  (ат, %) установлено, что выделение частиц  $\gamma'$ -фазы размером 3–5 нм после старения 623 К в течение 15 минут приводит к снижению температуры начала прямого мартенситного превращения на 150 К, уменьшению величины обратимой деформации в 2 раза, увеличению величин термического и механического гистерезисов в 1.5–3 раза и расширению температурного интервала проявления сверхэластичности на 80 К.

*Ключевые слова:* термоупругое мартенситное превращение, монокристалл, эффект памяти формы, сверхэластичность, дисперсные частицы.

***I. V. Kuksgauzen, I. V. Kireeva, Yu. I. Chumlyakov, D. A. Kuksgauzen,  
Z. V. Pobedennaya***

## EFFECT OF AGING ON FUNCTIONAL AND MECHANICAL PROPERTIES OF SINGLE CRYSTALS CONIGA ALLOY

On [001]-oriented  $\text{Co}_{49}\text{Ni}_{21}\text{Ga}_{30}$  (at,%) single crystals it was established that presipitation of  $\gamma'$ -phase particles in size of 3–5 nm after aging of 623 K for 15 minutes leads to a decrease in the start martensitic transformation temperature by 150 K, a decrease in the reversible strain in 2 times, an increase in the values of thermal and stress hysteresis in 1.5–3 times, and an expansion of the temperature range of the superelasticity on 80 K.

*Keywords:* thermoelastic martensitic transformation, single crystal, shape memory effect, superelasticity, dispersed particles.

В настоящей работе представлены результаты исследований влияния наноразмерных дисперсных частиц  $\gamma'$ -фазы на развитие термоупругого B2-L1<sub>0</sub> мартенситного превращения (МП) при охлаждении/нагреве и под нагрузкой в [001]-монокристаллах сплава  $\text{Co}_{49}\text{Ni}_{21}\text{Ga}_{30}$  (ат, %) при деформации сжатием. Использование для исследования монокристаллов позволит исключить влияние границ зерен на развитие МП, неоднородное распределение дисперсных частиц по границам зерен и в чистом виде установить их роль в формировании функциональных свойств – эффекта

памяти формы (ЭПФ) и сверхэластичности (СЭ). Детали получения монокристаллов и методики эксперимента изложены в [1, 2].

Исследования проводили в следующих структурных состояниях: после отжига при  $T = 1433$  К в течение 30 минут с последующей закалкой в воду (I), после дополнительного старения при  $T = 623$  К, в течение 15 минут в свободном состоянии (II) и под сжимающей нагрузкой равной 150 МПа (III). Для проведения исследований выбраны кристаллы, ориентированные вдоль [001]-направления, в которых при B2-L1<sub>0</sub> МП теоретическая величина деформации решетки  $|\epsilon_0|$  при сжатии имеет максимальное значение и равна 4.5 % [3].

Электронно-микроскопически установлено, что после закалки при  $T = 1433$  К, 30 мин сплав находится в однофазном состоянии и при комнатной температуре имеет B2 кристаллическую структуру. После старения при  $T = 623$  К в течение 15 мин выделяются частицы  $\gamma'$ -фазы с упорядоченной по типу L1<sub>2</sub> ГЦК структурой. Частицы имеют сферическую форму размером 3–5 нм, объемная доля  $f$  которых составляет 10–12 %.

Результаты исследования ЭПФ в эксперименте при охлаждении/нагреве под нагрузкой и СЭ в цикле нагрузка/разгрузка при постоянной температуре для I–III монокристаллов сплава Co<sub>49</sub>Ni<sub>21</sub>Ga<sub>30</sub> представлены на рис. 1–3 и в таблице.

Из рис. 1 видно, что, во-первых, выделение частиц  $\gamma'$ -фазы приводит к понижению температуры начала прямого МП при охлаждении под нагрузкой  $M_s^\sigma$  на  $\sim 150$  К относительно состояния I, где  $M_s^\sigma = 263 (\pm 2)$  К. В состоянии III температура  $M_s^\sigma$  на  $29 (\pm 2)$  К выше, чем в состоянии II. Во-вторых, величина температурного гистерезиса  $\Delta T^\sigma$ , определенная на середине  $\epsilon(T)$  кривой, в однофазных кристаллах при  $|\sigma_{\text{внеш}}| = 2.5$  МПа равна  $25 (\pm 2)$  К. В состаренных кристаллах  $\Delta T^\sigma$  увеличивается по сравнению с состоянием I: в состоянии II при  $|\sigma_{\text{внеш}}| = 10$  МПа  $\Delta T^\sigma = 90 (\pm 2)$  К, в состоянии III при  $|\sigma_{\text{внеш}}| = 2.5$  МПа  $\Delta T^\sigma = 62 (\pm 2)$  К. С ростом  $|\sigma_{\text{внеш}}|$  величина  $\Delta T^\sigma$  уменьшается независимо от условия старения (рис. 2, а).

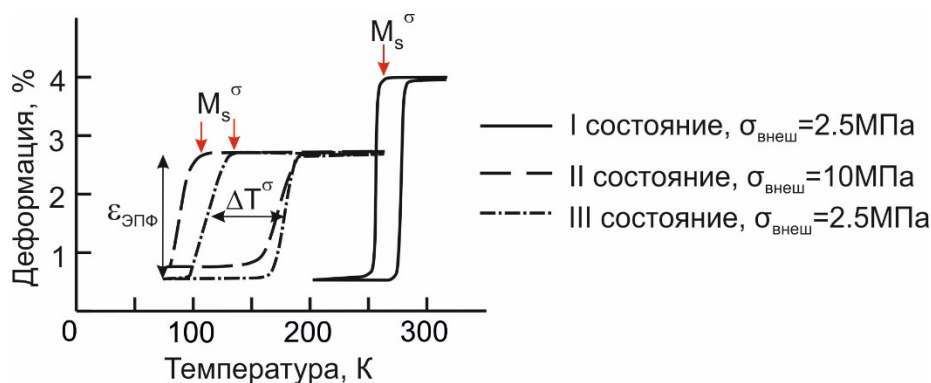


Рис. 1.  $\epsilon(T)$  кривые для однофазных (I) и состаренных при 623 К, 15 мин в свободном состоянии (II) и под сжимающей нагрузкой 150 МПа (III) [001]-монокристаллов сплава Co<sub>49</sub>Ni<sub>21</sub>Ga<sub>30</sub>, полученные в эксперименте при охлаждении/нагреве при минимальных внешних сжимающих напряжениях

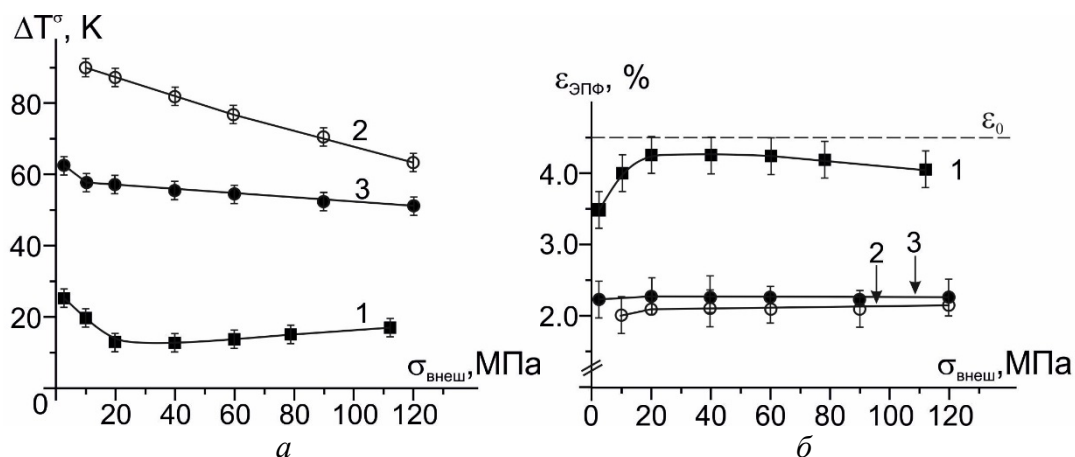


Рис. 2. Зависимости величины температурного гистерезиса  $\Delta T^\sigma$  (а) и эффекта памяти формы  $\varepsilon_{\text{ЭПФ}}$  (б) от уровня приложенных напряжений  $\sigma_{\text{внеш}}$  для однофазных (кривая 1) и состаренных при 623 К, 15 мин в свободном состоянии (кривая 2) и под сжимающей нагрузкой 150 МПа (кривая 3) [001]-монокристаллов сплава  $\text{Co}_{49}\text{Ni}_{21}\text{Ga}_{30}$

Таблица

Механические и функциональные свойства [001]-монокристаллов сплава  $\text{Co}_{49}\text{Ni}_{21}\text{Ga}_{30}$  (ат., %) в однофазном состоянии (I) и после старения в свободном состоянии (II) и под сжимающей нагрузкой 150 МПа (III)

	$M_s^\sigma$ ( $\pm 2$ ), К	$\Delta T^\sigma$ ( $\pm 2$ ), К	$ \varepsilon_{\text{ЭПФ}} $ ( $\pm 0.3$ ), %	$ \varepsilon_{\text{СЭ}} $ ( $\pm 0.3$ ), %	$T_{1\text{СЭ}}$ ( $\pm 2$ ), К	$T_{2\text{СЭ}}$ ( $\pm 2$ ), К	$\Delta T_{\text{СЭ}}$ ( $\pm 2$ ), К
I	263	25	4.2	4.5	283	573	290
II	107	90	2.0	2.3	203	573	370
III	136	62	2.2	2.4	203	573	370

В-третьих, в однофазных кристаллах минимальные напряжения, необходимые для реализации МП под нагрузкой  $|\sigma_{\text{внеш}}|$  равны 2.5 МПа, при старении в свободном состоянии эти напряжения больше в 4 раза, а после старения под нагрузкой  $|\sigma_{\text{внеш}}|$  также равны 2.5 МПа. Частицы упрочняют высокотемпературную В2-фазу и препятствуют МП, что способствует увеличению силы трения при движении межфазной границы, по сравнению с состоянием без частиц [4]. Это объясняет понижение  $M_s^\sigma$  и увеличение  $\Delta T^\sigma$  и  $\sigma_{\text{внеш}}$  в состаренных кристаллах. В состаренных под нагрузкой  $M_s^\sigma$  выше, а  $\Delta T^\sigma$  и  $\sigma_{\text{внеш}}$  меньше относительно кристаллов, состаренных в свободном состоянии, что может быть связано с внутренними дальнедействующими полями напряжений  $\langle \sigma \rangle_{\text{вн}}$  от преимущественного варианта частиц в кристаллах, состаренных под нагрузкой. Электронно-микроскопически установлено, что при старении под нагрузкой отдельные варианты частиц  $\gamma'$ -фазы изменяют форму от сферической к неравноосной и это приводит к формированию под нагрузкой одного варианта частиц  $\gamma'$ -фазы неравноосной формы и к появлению внутренних полей напряжений. Эти поля напряжений



облегчают зарождение и рост ориентированного варианта мартенсита под нагрузкой [4, 5].

В-четвертых, в I кристаллах при минимальных  $|\sigma_{\text{внеш}}| = 2.5$  МПа величина ЭПФ  $|\varepsilon_{\text{ЭПФ}}| = 3.5 (\pm 0.3) \%$ , что не достигает  $|\varepsilon_0| = 4.5 \%$  для [001]-ориентации при B2–L1<sub>0</sub> МП. Следовательно, при  $|\sigma_{\text{внеш}}| = 2.5$  МПа наблюдается смесь самоаккомодирующей структуры L1<sub>0</sub>-мартенсита и ориентированного варианта под нагрузкой. Максимальное значение  $|\varepsilon_{\text{ЭПФ}}| = 4.2 (\pm 0.3) \%$  наблюдаются при  $|\sigma_{\text{внеш}}| = 30$  МПа и с ростом  $|\sigma_{\text{внеш}}|$  практически не изменяется (рис. 2, б). Выделение частиц  $\gamma'$ -фазы приводит к уменьшению величины ЭПФ по сравнению с кристаллами без частиц:  $|\varepsilon_{\text{ЭПФ}}|^{\text{II}} = 2.0 (\pm 0.3) \%$  и  $|\varepsilon_{\text{ЭПФ}}|^{\text{III}} = 2.2 (\pm 0.3) \%$ . Частицы сами не испытывают превращение, а деформируются только упруго [4]. Следовательно, уменьшение величины  $|\varepsilon_{\text{ЭПФ}}|$  в II и III кристаллах по сравнению с состоянием I определяется уменьшением объема матрицы, испытывающей МП. Оценка величины ЭПФ по соотношению:  $|\varepsilon_{\text{ЭПФ}}| = |\varepsilon_0| \times (1-f)$  показывает, что величина  $|\varepsilon_{\text{ЭПФ}}|$  в II и III кристаллах с учетом объема, занимаемого частицами, должна быть равна 3.8–4.0 %. Однако экспериментально полученные значения в 2 раза меньше рассчитанных. Следовательно, уменьшение величины ЭПФ при выделении частиц связано не только с уменьшением объема матрицы, испытывающей МП, но и определяется влиянием частиц на зарождение мартенсита под нагрузкой: а) образование ориентированного варианта мартенсита под нагрузкой с максимальным фактором Шмида и б) образование неориентированного мартенсита из-за внутренних напряжений у частиц [4].

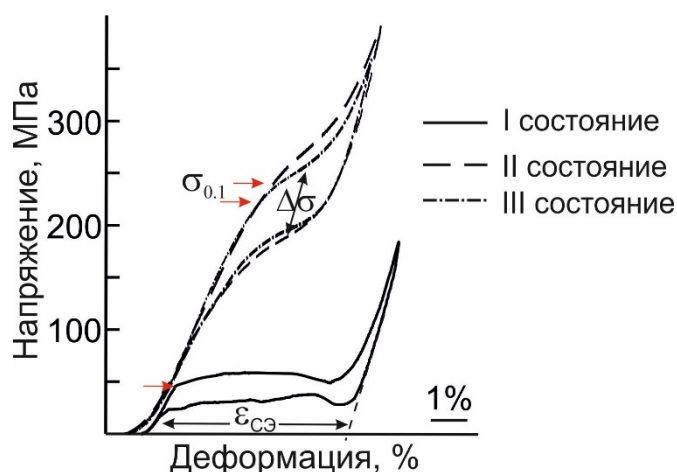


Рис. 3.  $\sigma(\varepsilon)$  кривые при  $T = 283$  К для однофазных (I) и состаренных при 623 К, 15 мин в свободном состоянии (II) и под сжимающей нагрузкой 150 МПа (III) [001]-монокристаллов сплава  $\text{Co}_{49}\text{Ni}_{21}\text{Ga}_{30}$  при деформации сжатием

Исследования СЭ показали, что как в однофазных I, так и состаренных кристаллах II и III, СЭ наблюдается в широком температурном интервале  $\Delta T_{\text{СЭ}} = T_{2\text{СЭ}} - T_{1\text{СЭ}}$  и при высоких температурах при  $T \geq 573$  К. В однофазных

кристаллах СЭ наблюдается в интервале от  $T_{1CЭ} = 283 (\pm 2)$  К до  $T_{2CЭ} = 573 (\pm 2)$  К и  $\Delta T_{CЭ} = 290 (\pm 2)$  К. В кристаллах с частицами интервал СЭ увеличивается по сравнению с I кристаллами, СЭ имеет место от  $203 (\pm 2)$  К до  $573 (\pm 2)$  К не зависимо от условия старения и  $\Delta T_{CЭ} = 370 (\pm 2)$  К (табл.). Наблюдение СЭ в широком интервале температур и при высоких температурах в однофазных и состаренных кристаллах связано с высоким уровнем напряжений В2-фазы в [001]-ориентации из-за равных нулю факторов Шмида для действующих систем скольжения  $a\langle 100 \rangle \{110\}$  и дополнительным упрочнением В2-фазы частицами  $\gamma'$ -фазы [2, 4]. В I-кристаллах при  $T = 283 (\pm 2)$  К МП под нагрузкой развивается с коэффициентом деформационного упрочнения  $\Theta = d\sigma/d\varepsilon$  равным нулю, характеризуется узким механическим гистерезисом  $\Delta\sigma = 31 (\pm 3)$  МПа и максимальной величиной СЭ  $|\varepsilon_{CЭ}|$  равной 4.5 % (рис. 3). В состаренных II и III кристаллах при  $\sigma > \sigma_{0.1}$  В2-L1<sub>0</sub> МП под нагрузкой с самого начала развивается с высоким  $\Theta$ , величина  $\Delta\sigma$  увеличивается, а  $|\varepsilon_{CЭ}|$  уменьшается в 1.5–2 раза по сравнению с состоянием I (рис. 3). Для соответствующей термообработки величина СЭ равна по величине значению ЭПФ (табл.).

Увеличение  $\Delta\sigma$  и  $\Theta$  при выделении частиц определяется влиянием частиц на процессы прямого и обратного МП под нагрузкой и вариант-вариант взаимодействием L1<sub>0</sub>-мартенсита [4].

Таким образом, на [001]-монокристаллах сплава Co<sub>49</sub>Ni<sub>21</sub>Ga<sub>30</sub> установлено, что за счет выделения частиц  $\gamma'$ -фазы и вариации условий старения можно управлять температурами мартенситного превращения, величиной обратимой деформации, температурного и механического гистерезисов и температурным интервалом наблюдения СЭ.

*Работа выполнена при финансовой поддержке гранта РФФИ № 16-38-00608.*

## ЛИТЕРАТУРА

1. Effect of oriented  $\gamma'$  precipitates on shape memory effect and superelasticity in Co-Ni-Ga single crystals / I. V. Kireeva [et al.] // Acta Materialia. 2014. V. 68. P. 127–139.
2. Высокотемпературная сверхэластичность в монокристаллах CoNiGa, CoNiAl, NiFeGa, TiNi / Ю. И. Чумляков [и др.] // Известия вузов. Физика. 2008. Т. 51. № 10. С. 19–37.
3. Pseudoelasticity and cyclic stability in Co<sub>49</sub>Ni<sub>21</sub>Ga<sub>30</sub> shape memory alloy single crystals at ambient temperature / J. Dadda [et al.] // Physical metallurgy and materials science. 2008. V. 39. P. 2026–2039.
4. Механизмы термоупругих мартенситных превращений в высокопрочных монокристаллах сплавов на основе железа и никелида титана / Ю. И. Чумляков. Томск : Изд-во НТЛ, 2016. 244 с.
5. Otsuka K. Physical metallurgy of Ti-Ni-based shape memory alloys / K. Otsuka, X. Ren // Progress in Materials Science. 2005. V. 50. P. 511–678.

УДК 678

**А. А. Шаталин<sup>\*</sup>, Д. В. Фисенкова, Е. А. Смирнова**

Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет),  
г. Москва

*\*aashatalin@yandex.ru*

Научный руководитель – доцент, канд. техн. наук Т. Г. Ягудин

## АКТИВАТОРНАЯ СИСТЕМА НА ОСНОВЕ ПОЛИМЕРНОГО КОМПОЗИЦИОННОГО МАТЕРИАЛА ДЛЯ ИСПОЛЬЗОВАНИЯ В МАЛЫХ КОСМИЧЕСКИХ АППАРАТАХ, НАНО- И ПИКОСПУТНИКАХ

Работа связана с поиском, анализом научно-технической информации о внешних условиях в открытом космосе и работоспособности конструкции в заданных условиях; созданием модели распространения тепла в системе; проектированием – расчетами, подтверждающими работоспособность конструкции и эскизным проектированием конструкции.

*Ключевые слова:* активаторная система, ПКМ, эффект памяти формы.

**A. A. Shatalin, D. V. Fisenkova, E. A. Smirnova.**

## ACTIVATIONAL SYSTEM BASED ON POLYMER COMPOSITIONAL MATERIAL FOR USE IN SMALL SPACECRAFTS, NANO- AND PICOSATELLITES

The work is connected with search and analysis of scientific and technical documentation on environmental conditions in outer space and structure working capacities in those conditions; creation of heat transmission model in the system; designing – calculations to confirm working capacities of the structure and schematic design of the structure.

*Keywords:* activational system, PCM, shape memory effect.

В настоящее время ведущими индустриальными державами проводятся широкомасштабные разработки малых космических аппаратов, нано и пикоспутников, обеспечивающих широкие функциональные возможности при уменьшенных массогабаритных характеристиках по сравнению с традиционными космическими аппаратами (КА). Очевидно, что в связи с уменьшением размеров КА возникает техническое противоречие между массогабаритными характеристиками аппаратов и известными активаторными системами раскрытия солнечных панелей. Решением данной задачи может быть разработка активаторных систем с уменьшенными массогабаритными характеристиками, например: активаторная система, функционирующая на основе полимерного композиционного материала из углепластика с эффектом памяти формы. В

этой связи работа по созданию малогабаритной активаторной системы раскрытия солнечных панелей для малых космических аппаратов, нано и пикоспутники является актуальной.

Целью работы является разработка модели распространения тепла в пластине полимерного композиционного материала с эффектом памяти формы и проектирование взаимного расположения компонентов системы.

Задачи, решение которых обеспечивает достижение поставленной цели: поиск, анализ научно-технической информации о внешних условиях в открытом космосе и работоспособности конструкции в заданных условиях; создание модели распространения тепла в системе; проектирование – расчеты, подтверждающие работоспособность конструкции и эскизное проектирование конструкции.

В результате работы сформулированы технические требования, исходные данные к моделированию, разработана модель распространения тепла в пластине полимерного композиционного материала с эффектом памяти формы, проявляющимся при температуре 120 °С, что является приемлемым для эксплуатации в условиях открытого космического пространства. В состав активаторной системы входит: непосредственно пластина, тонкопленочный термистор, пленочный нагреватель, пленочный датчик, фиксирующий раскрытие пластины, и полиимидный шлейф, обеспечивающий электрическое соединение в электронной схеме. Выбор комплектации осуществлялся с учетом условий эксплуатации (температурный диапазон от –65 до +125 °С), а взаимное расположение электронных компонентов – с учетом распределения тепла по пластине во время деформации. Показано, что максимальная температура достигается в зоне крепления пленочного нагревателя при радиусе кривизны исходной пластины 12 мм. Приведенное усилие, развиваемое активатором, составляет 10 Н на две десятые метра ширины пластины. Тонкопленочный термистор и пленочный датчик, фиксирующий раскрытие пластины расположены вне зоны нагрева. Полиимидный шлейф проходит по двум поверхностям по периметру пластины. Конструктивно компоненты крепятся на поверхности пластины с применением высокотемпературного адгезива ВК-36. Проведены расчеты, подтверждающие работоспособность конструкции, спроектирован эскиз конструкции. Полученные предварительные результаты позволяют обоснованно подходить к реализации активаторной системы на основе ПКМ с эффектом памяти формы для раскрытия солнечных панелей в малых космических аппаратах, нано и пикоспутниках.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Методы решения задач тепломассопереноса. Теплопроводность и диффузия в неподвижной среде: учеб. пособие / В. И. Коновалов [и др.]. Тамбов : Изд-во Тамб. гос. техн. ун-та, 2005. 80 с.
2. Ракетно-космическая корпорация «Энергия» имени С. П. Королева. Российский сегмент МКС. Справочник пользователя [Электронный ресурс] / Ракетно-космическая корпорация «Энергия» имени С. П. Королева. 2016. URL: [https://www.energia.ru/ru/iss/researches/iss\\_rs\\_guide.pdf](https://www.energia.ru/ru/iss/researches/iss_rs_guide.pdf) (дата обращения: 18.02.2017).

**Д. А. Романов<sup>1\*</sup>, М. А. Степиков<sup>1</sup>, Е. А. Гаевой<sup>1</sup>, С. Ю. Пронин<sup>1</sup>,  
Ю. Ф. Иванов<sup>2,3</sup>, О. С. Толкачев<sup>2,3</sup>, В. Е. Громов**

<sup>1</sup>Сибирский государственный индустриальный университет, г. Новокузнецк

<sup>2</sup>Национальный исследовательский Томский политехнический университет, г. Томск

<sup>3</sup>Институт сильноточной электроники СО РАН, г. Томск

\*romanov\_da@physics.sibsiu.ru,

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук Е. В. Протопопов

## СТРУКТУРНО-ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ СИСТЕМЫ «ПОКРЫТИЕ Ag–CdO / МЕДНАЯ ПОДЛОЖКА», СФОРМИРОВАННОЙ ЭЛЕКТРОВЗРЫВНЫМ МЕТОДОМ

На медных электрических контактах контакторов серии КПВ-605 сформированы электровзрывные покрытия Ag–CdO. Методом просвечивающей электронной микроскопии изучены их фазовый состав, морфология и дефектная субструктура. Исследования показали, что полученные покрытия относятся к нанокристаллическим материалам.

*Ключевые слова:* электровзрывное напыления, композиционные покрытия, серебро, оксид кадмия, структура.

**D. A. Romanov, M. A. Stepikov, E. A. Gaevoj, S. Ju. Pronin, Ju. F. Ivanov,  
O. S. Tolkachev, V. E. Gromov**

## STRUCTURAL-PHASE STATE OF THE SYSTEM "COATING Ag–CdO / COPPER SUBSTRUCTION", GENERATED BY ELECTRONIC OPERATING METHOD

Electro-explosive coatings of Ag–CdO are formed on copper electrical contacts of KPV-605 series contactors. Transmittance electron microscopy was used to study their phase composition, morphology, and defect substructure. Studies have shown that the coatings obtained relate to nano-crystalline materials.

*Keywords:* electrospray coating, composite coatings, silver, cadmium oxide, structure.

Объектом исследований являлись электрические контакты контакторов серии КПВ-605, на поверхности которых электровзрывным методом было сформировано покрытие системы Ag–CdO. В качестве взрываемого токопроводящего материала была использована фольга серебра, на поверхность которой в область взрыва помещалась навеска порошка CdO. Фазовый состав, морфологию и дефектную субструктуру покрытия и прилегающего слоя подложки анализировали методами

просвечивающей электронной дифракционной микроскопии (прибор JEM-2100F, JEOL). Фольги для исследования материала методами просвечивающей электронной дифракционной микроскопии изготавливали методом ионного утонения тонких ( $\approx 100$  мкм) пластинок, расположенных в поперечном сечении образца. Это позволяло исследовать структуру покрытия и переходного слоя, разделяющего покрытие и подложку. Ионное утонение пластинок осуществляли на приборе Ion Slicer EM 09100IS.

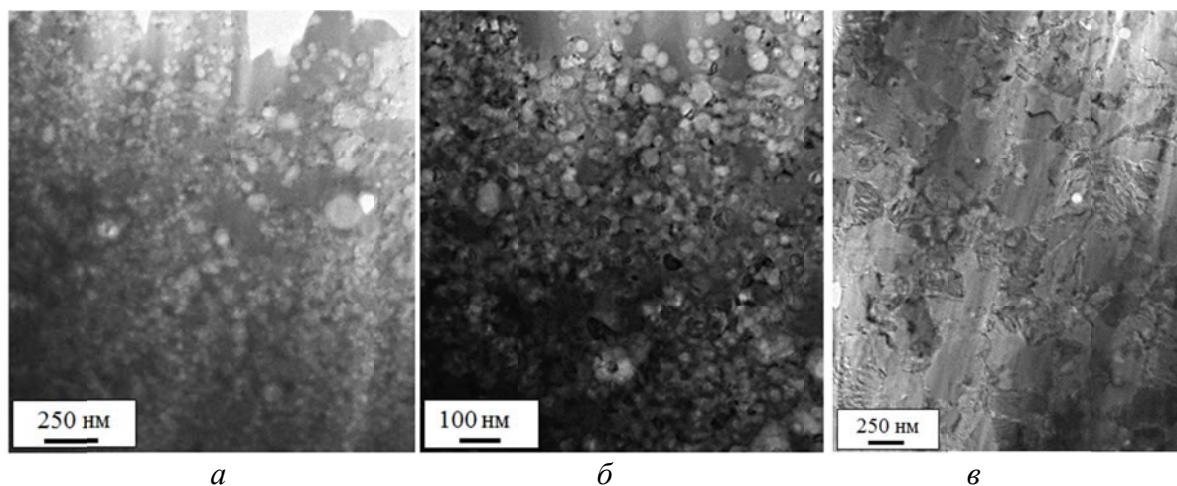


Рис. 1. Структура покрытия Ag–CdO (*а*, *б*) и слоя меди, прилегающего к границе раздела покрытия и подложки (*в*)

Характерное электронно-микроскопическое изображение покрытия и слоя меди, прилегающего к покрытию, приведено на рис. 1. Покрытие Ag–CdO, сформированное на поверхности образца меди электровзрывным методом, имеет нанокристаллическое строение (рис. 1, *а*, *б*). Размер кристаллитов изменяется в пределах от 20 нм до 50 нм. Слой меди, прилегающий к покрытию, имеет поликристаллическое строение. Размер кристаллитов изменяется в пределах от 200 нм до 400 нм (рис. 1, *в*). Можно предположить, что субмикрокристаллическая зеренная структура прилегающего к покрытию слоя меди сформировалась как в результате протекания высокоскоростной кристаллизации, так и процесса динамической рекристаллизации, инициированных термомеханическим воздействием потока плазмы, образовавшегося при электрическом взрыве проводника, на поверхность образца меди.

По мере удаления от поверхности раздела покрытия и подложки дефектная субструктура меди существенным образом изменяется (рис. 2). В слое, расположенном на расстоянии  $\approx 90$  мкм от границы с покрытием Ag–CdO в объеме зерен наблюдается фрагментированная субструктура, характерная для сильно деформированной меди (рис. 2, *а*).

В объеме фрагментов выявляется дислокационная субструктура, сформированная хаотически распределенными дислокациями. Скалярная



плотность дислокаций составляет  $0,8 \cdot 10^9 \text{ см}^{-2}$ . В слое, расположенном на расстоянии  $\approx 170 \text{ мкм}$  наблюдается полосовая дислокационная субструктура и разориентированная ячеистая субструктура (рис. 2, б). При удалении от границы раздела системы «покрытие Ag–CdO / медная подложка» на расстояние  $\approx 220 \text{ мкм}$  в объеме зерен меди наблюдается ячеистая дислокационная субструктура и (рис. 2, в) и субструктура ориентационного хаоса (рис. 2, г). Электровзрывное формирование покрытия состава Ag–CdO сопровождается существенным деформационным воздействием на поверхность образца. По мере удаления от поверхности образца степень деформирования материала снижается.

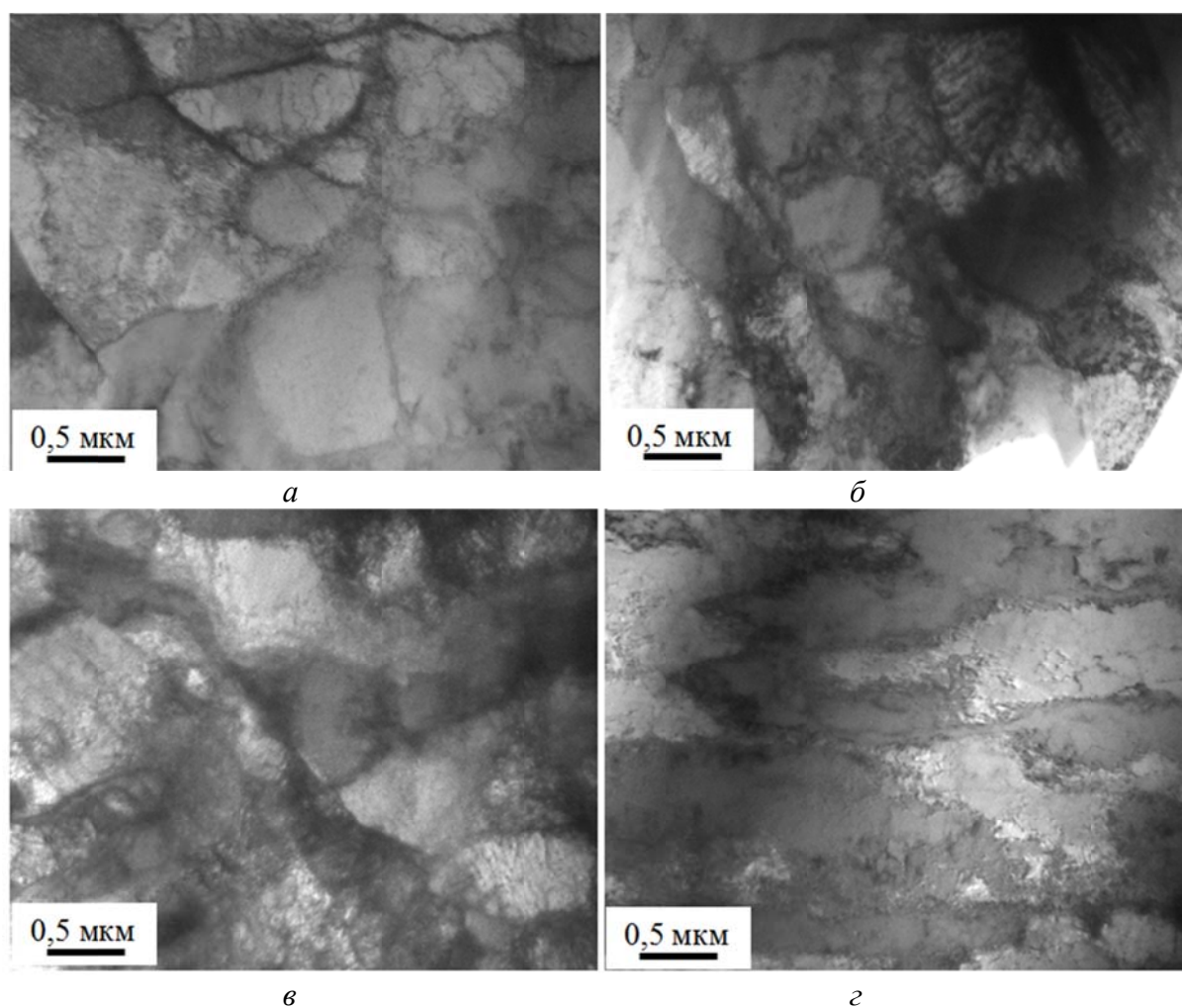


Рис. 2. Структура медной подложки в слоях, находящихся на расстоянии  $\approx 90 \text{ мкм}$  (а);  $\approx 170 \text{ мкм}$  (б);  $\approx 220 \text{ мкм}$  (в, г) от границы с покрытием Ag–CdO

Фазовый состав материала анализировали методами дифракционной электронной микроскопии, используя методику темнопольного анализа и методику индирования микроэлектронограмм. На рис. 3 приведены результаты электронно-микроскопического микродифракционного анализа фазового состава покрытия, сформированного на меди электровзрывным методом. Отчетливо видно, что микроэлектронограмма (рис. 3, б),



полученная с участка покрытия, электронно-микроскопическое изображение которого приведено на рис. 3, *а*, является кольцевой, что подтверждает сделанные выше выводы о нанокристаллической структуре покрытия.

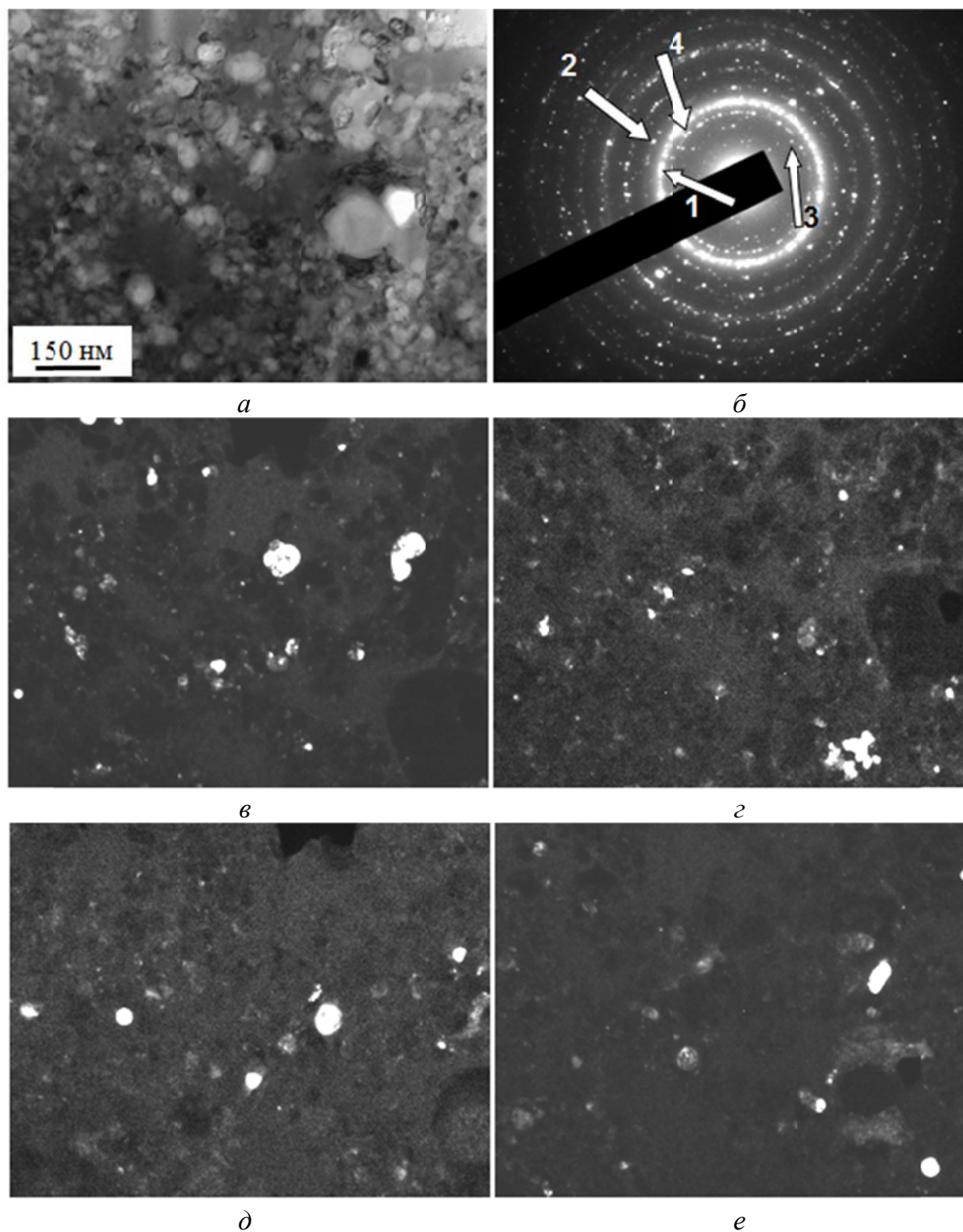


Рис. 3. Структура покрытия Ag–CdO, сформированного на поверхности меди электровзрывным методом; *а* – светлое поле; *б* – микроэлектроннограмма, стрелками указаны рефлексы, в которых получены темные поля (*в–е*), соответственно; *в–е* – темные поля, полученные в рефлексах  $[111]\text{Cu} + [973]\text{Cd}_3\text{Cu}_4$  (рефлекс 1),  $[002]\text{Cu} + [151]\text{Ag}_2\text{O}_3$  (рефлекс 2),  $[200]\text{CdO}_2$  (рефлекс 3),  $[953]\text{Cd}_3\text{Cu}_4$  (рефлекс 4), соответственно

Индицирование микроэлектроннограммы (рис. 3, б) показывает, что покрытие является многофазным. На микроэлектроннограмме выявляются рефлексы следующих фаз: Cu;  $\text{Cd}_3\text{Cu}_4$ ,  $\text{Ag}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CdO}_2$ , а также CuO. Метод темнопольного анализа позволил определить форму и размеры кристаллитов выявленных фаз. Установлено, что кристаллиты фаз имеют преимущественно округлую (глобулярную) форму; размеры кристаллитов меди изменяются в пределах от 20 нм до 50 нм; размеры включений  $\text{Cd}_3\text{Cu}_4$  – в пределах (30–40) нм; размеры включений  $\text{CdO}_2$  – в пределах (15–50) нм; размеры включений  $\text{Ag}_2\text{O}_3$  – в пределах (5–10) нм. Прилегающий к покрытию слой меди также является многофазным. Индицирование микроэлектроннограммы, полученной с данного объема материала, позволило выявить рефлексы следующих фаз: Cu;  $\text{Ag}_5\text{Cd}_8$  и  $\text{Cd}_3\text{Cu}_4$ . Размер кристаллитов меди изменяется в пределах от 200 нм до 400 нм. Включения частиц вторых фаз располагаются преимущественно вдоль границ зерен меди и имеют глобулярную форму либо форму тонких прослоек.

### **Заключение**

Методами электронной дифракционной микроскопии проведены исследования фазового состава, дефектной субструктуры и морфологии фаз системы «покрытие Ag–CdO/медная подложка», сформированной на поверхности образцов меди электровзрывным методом. Выявлено образование многоэлементного многофазного покрытия, имеющего нанокристаллическую структуру. Установлено, что основными фазами покрытия являются Cu,  $\text{Cd}_3\text{Cu}_4$ ,  $\text{Ag}_2\text{O}_3$ ,  $\text{CdO}_2$ ,  $\text{Cd}_3\text{Cu}_4$ . Обнаружено, что объем меди, прилегающий к покрытию, имеет субмикроструктурную зеренную структуру, что может свидетельствовать как о протекании в данном слое высокоскоростной кристаллизации, так и процесса динамической рекристаллизации. Выявлен эффект дисперсионного твердения слоя меди, прилегающего к покрытию, обусловленного образованием наноразмерных фаз состава  $\text{Ag}_5\text{Cd}_8$ ,  $\text{Cd}_3\text{Cu}_4$ , Cd и CuO. Показано, что электровзрывное формирование покрытия состава Ag–CdO сопровождается термо-деформационным воздействием на поверхность образцов меди с образованием градиента дислокационных субструктур. Обнаружено, что по мере удаления от поверхности образца степень деформирования материала снижается.

*Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 16-32-60032 мол\_а\_дк и при финансовой поддержке Гранта Президента Российской Федерации для государственной поддержки молодых российских ученых – кандидатов наук МК-1118.2017.2, а также при частичной финансовой поддержке комплексной программы СО РАН в рамках программы фундаментальных исследований РАН «Наноструктуры: физика, химия, биология, основы технологий» (проект № 0366-2015-0005).*

**А. С. Юровских, С. В. Гриб, С. И. Степанов\*, Е. Ю. Ковалев**

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

\* *s.i.stepanov@urfu.ru*

## СТРУКТУРА ТЕХНИЧЕСКИ ЧИСТОГО ТИТАНА, ПОЛУЧЕННОГО МЕТОДОМ ПОСЛОЙНОГО ЛАЗЕРНОГО ПЛАВЛЕНИЯ

Методами световой и просвечивающей электронной микроскопии изучена микроструктура технически чистого титана марки ВТ1-0, изготовленного методом послойного лазерного плавления. Фазовый состав определен при помощи рентгеноструктурного фазового анализе РСФА. Показано, что высокая скорость охлаждения приводит к формированию высокой плотности дефектов и возможности формированию  $\alpha$ -фазы по сдвиговому механизму. Сделан вывод о необходимости проведения отжига для повышения однородности структуры.

*Ключевые слова:* титан, мартенсит, послойное лазерное плавление, РСФА, ПЭМ.

**A. S. Yurovskikh, S. V. Grib, S. I. Stepanov\*, E. Yu. Kovalev**

## STRUCTURE OF COMMERCIALLY PURE TITANIUM FABRICATED BY SELETIVE LASER MELTING

The microstructure of commercially pure titanium VT1-0 manufactured by selective laser melting has been studied by means of light and transmission electron microscopy. Phase composition was determined using XRD analysis. The high cooling rate resulted in the formation of a high density of defects and the formation of  $\alpha$ -phase by a shear mechanism. It is concluded that annealing is necessary to increase the homogeneity of the structure.

*Keywords:* cp Ti, martensite, selective laser melting, XRD, TEM.

Образцы кубической формы были изготовлены аддитивным методом на установке MeltMaster3D-550 производства АО «НПО «ЦНИИТМАШ». Сплавление порошка проводили в защитной атмосфере Ar с использованием следующих параметров работы установки: размер пятна лазерного излучения на сплавляемом порошковом слое ~70 мкм, толщина слоя 50 мкм.

Исследования структуры выполняли с применением оптического микроскопа Nikon Epihot 200. Изучение тонкой структуры сплава проводилось на просвечивающем электронном микроскопе Jeol JEM200C. Качественный фазовый состав определялся на дифрактометре Bruker D8 Advance.

В соответствии с данными оптической микроскопии наблюдается 2 варианта морфологии  $\alpha$ -фазы: пластинчатыми выделениями  $\alpha'$ -мартенсита (рис. 1, а), которые, по-видимому, образовались по бездиффузионному сдвиговому механизму в ходе быстрого охлаждения при кристаллизации локальных объемов материала во время послойного спекания и частично рекристаллизованные зерна  $\alpha$ -фазы (рисунок 1, б), формирующиеся в зоне термического влияния при разогреве металла вблизи зоны плавления [1, 2].

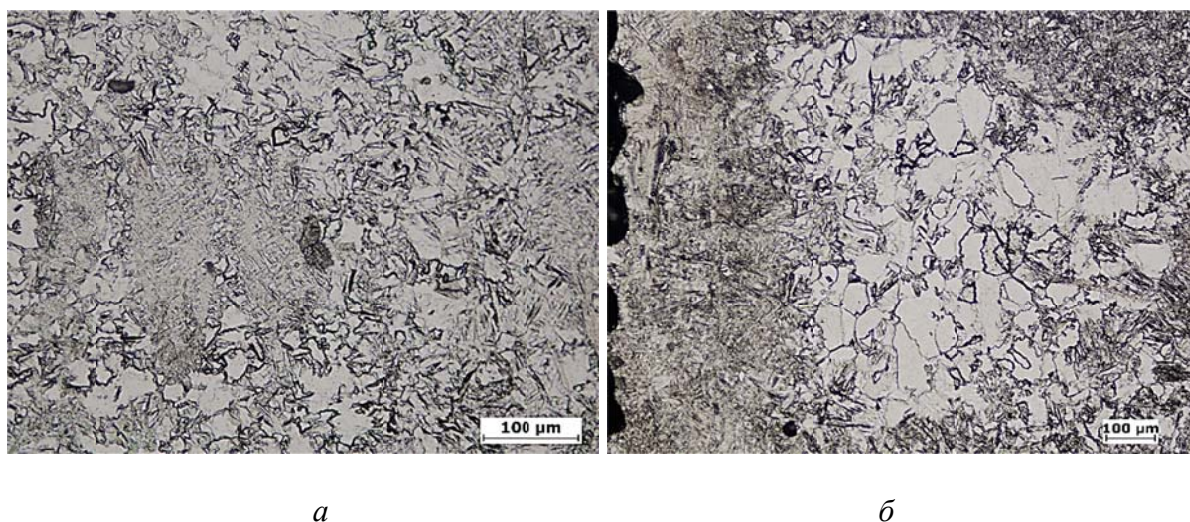


Рис. 1. Микроструктура нелегированного титана марки VT1-0, полученного методом СЛП

Микроструктура нелегированного титана марки VT1-0 методом просвечивающей электронной микроскопии представлена:

- пластинчатыми выделениями  $\alpha'$ -мартенсита различных размеров (рис. 2, а)
- зернами  $\alpha$ -фазы размером не менее 2 мкм с высокой плотностью дислокаций, которые формируют субзеренную структуру внутри них (рис. 2, б). Размер субзерен составляет в среднем порядка 1 мкм.

Следует отметить, что термическое влияние спекаемого слоя на ниже лежащие слои материала приводит к протеканию в них процессов полигонизации и рекристаллизации, при этом в разных объемах можно наблюдать различные стадии развития этих процессов – от субзерен до рекристаллизованных зерен (рис. 2, б) с плоскими границами и стыками углов близкими к  $120^\circ$  (рис. 2, в).

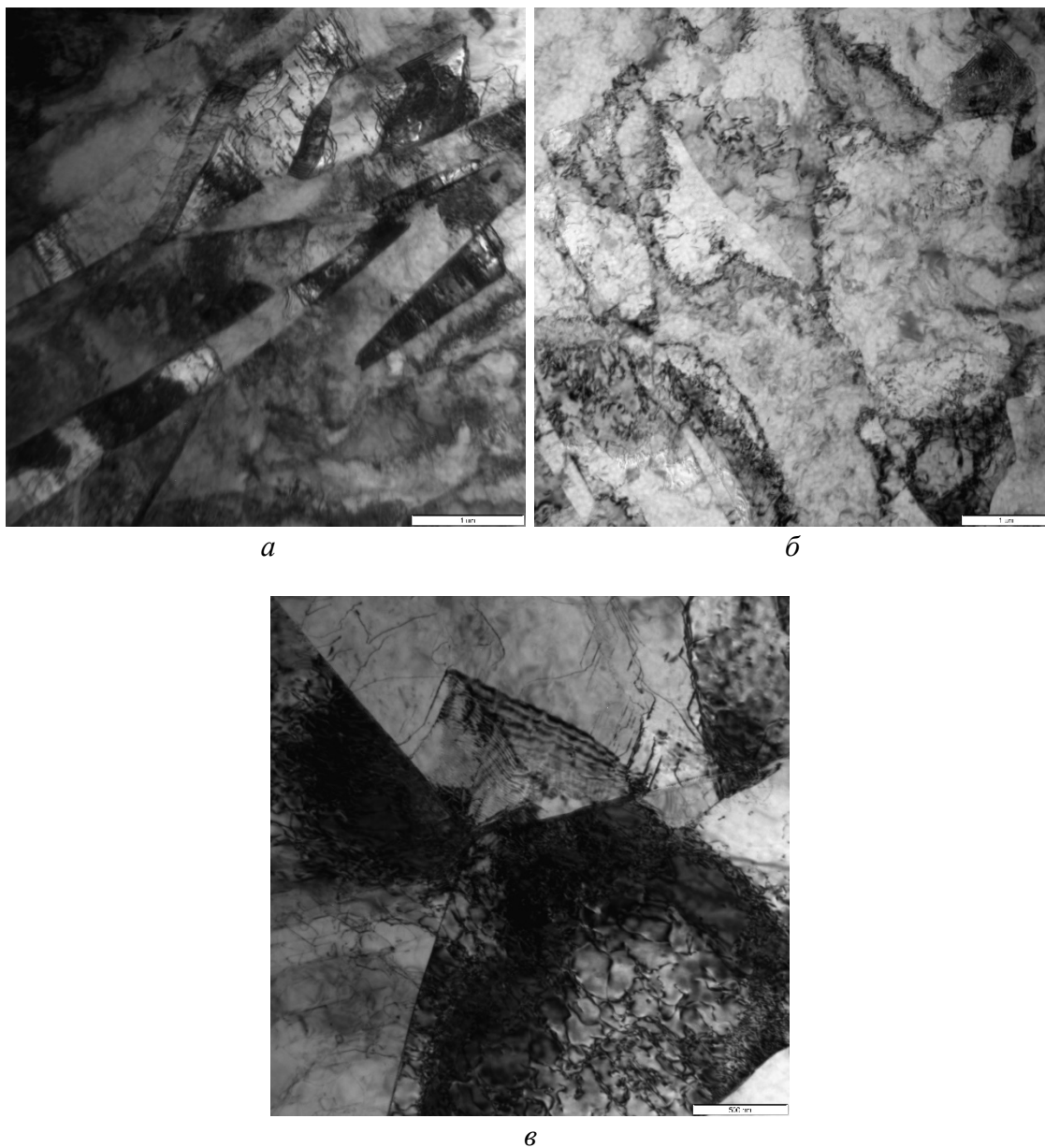


Рис. 2. Светлопольные изображения нелегированного титана марки VT1-0, полученного методом СЛП

Точечные электронограммы с локальных областей, отвечающих пластинам (рис. 3 б) и отдельным зернам (рис. 3, г), качественно подобны и по результатам индиферирования соответствуют  $\alpha$ -фазе с гексагональной решеткой.



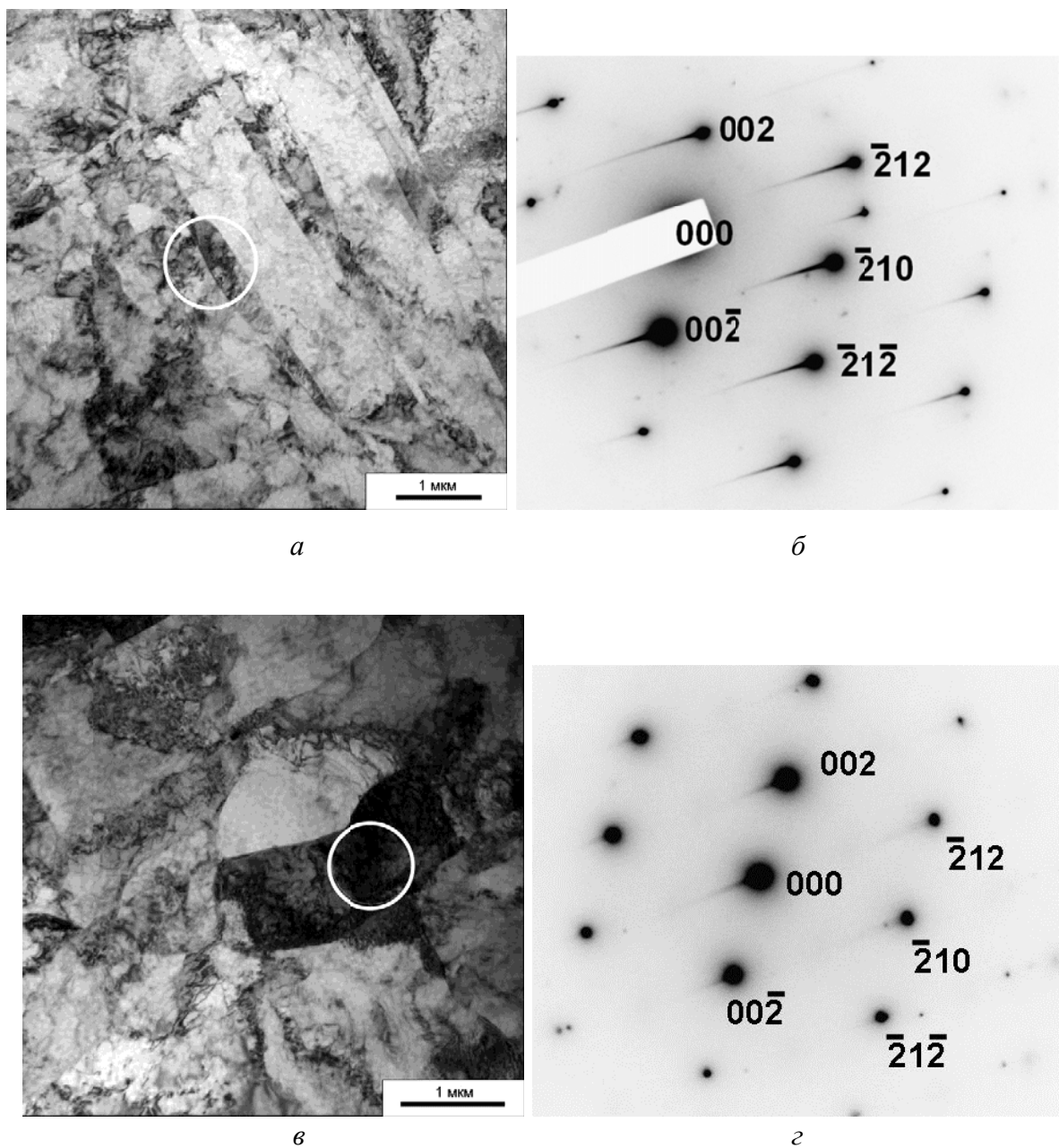


Рис. 3. Микроструктура нелегированного титана марки ВТ1-0, полученного методом СЛП: *а, в* – светлое поле; *б, г* – точечные электронограммы с областей на *а* и *б* и их расшифровка (ось зоны  $[120]\alpha$ )

При помощи РСФА (рис.4) подтверждено, что фазовый состав представлен 100 %  $\alpha$ -фазы и аморфная составляющая отсутствует. Линии уширены и дублет линий  $K_{\alpha 1}$  и  $K_{\alpha 2}$  – линий не различается, что согласуется с данными ПЭМ о высокой дефектности  $\alpha$ -фазы, реализующейся в результате ускоренного охлаждения и возникающих при этом термических напряжений.

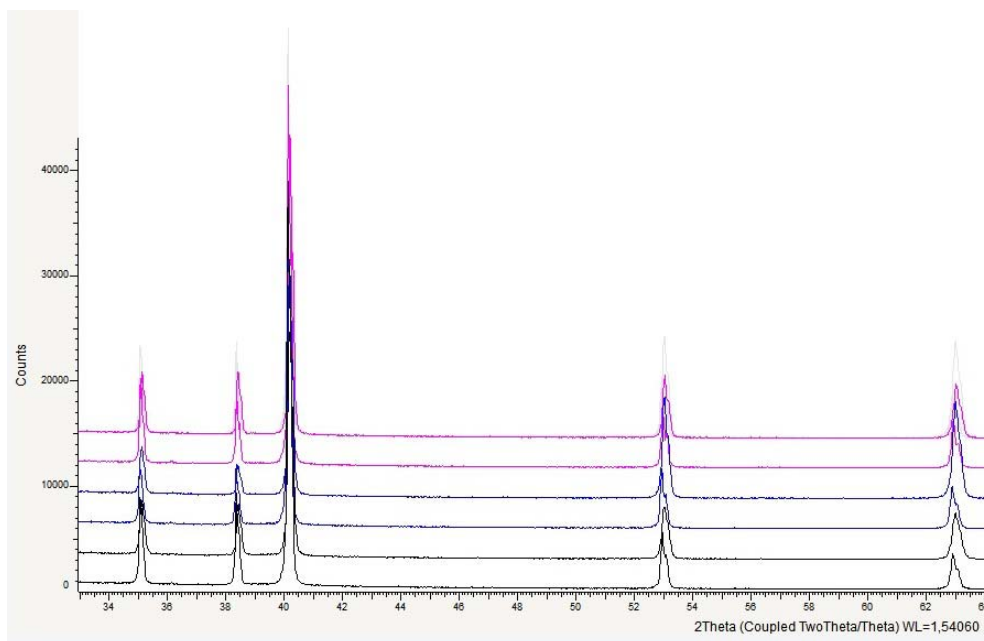


Рис. 4. Дифрактограммы сплава, полученного по различным режимам СЛП

Таким образом, СЛП приводит к формированию крайне неоднородной структуры спекаемого материала, что может быть исправлено проведением последующей термической обработки.

*Работа выполнена при финансовой поддержке постановления Правительства Российской Федерации от 9 апреля 2010 года № 218, номер соглашения 03.G25.31.0234 от 03.03.2017 г.*

#### ЛИТЕРАТУРА:

1. Microstructure and mechanical properties investigation of CP titanium processed by selective laser melting (SLM) / B. Wysockiab [et al.] // Journal of Materials Processing Technology. 2017. V. 241. P.13–23.
2. Zhang L.-C. Selective Laser Melting of Titanium Alloys and Titanium Matrix Composites for Biomedical Applications: A Review. / L.-C. Zhang, H. Attar // Advanced Engineering Materials. 2016. V. 18. P. 463–475.

**А. А. Кашимбетова\*, Е. Д. Зыкова**

Новосибирский государственный технический университет, г. Новосибирск

\* *k.yaleda@mail.ru*

Научный руководитель – доц., канд. техн. наук *Д. В. Лазуренко*

## ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ КОМПОЗИЦИОННОГО МАТЕРИАЛА НА ОСНОВЕ TiAl, УПРОЧНЕННОГО ЧАСТИЦАМИ TiC

Данная работа посвящена структурным исследованиям композиционного материала на основе интерметаллида TiAl, упрочненного твердыми карбидными частицами, который был сформирован методом искрового плазменного спекания. Консолидация проводилась в два этапа. Было установлено, что на первом этапе искрового плазменного спекания при температуре 830 °C формируются слоистые композиты с чередующимися слоями титана, триалюминид титана. Расположение частиц TiC носит локальный характер. Последующее спекание при температуре 1250 °C позволило сформировать структуру, состоящую из  $\gamma$  и  $\alpha_2$  фазы. Кроме того, в ходе второго этапа спекания фаза TiC вступила в реакцию с металлическими компонентами композита, образовав соединение  $Ti_2AlC$ .

*Ключевые слова:* интерметаллид, композиционный материал, искровое плазменное спекание.

**A. A. Kashimbetova, E. D. Zyкова**

## INVESTIGATION OF THE STRUCTURE OF TiAl COMPOSITE MATERIALS REINFORCED BY TiC HARD PARTICLES

This work is devoted to investigation of the TiAl-based composite structure reinforced by TiC hard particles and obtained by spark plasma sintering. Consolidation was carried out in two steps. It was found that at the first stage of spark plasma sintering at 830 °C consisted of Ti and  $TiAl_3$ . Distribution of TiC was inhomogeneous. Sintering at 1250 °C allowed fabricating the structure consisted of  $\gamma$  and  $\alpha_2$  phases. Moreover, at this stage TiC reacted with metallic elements and formed  $Ti_2AlC$  compound.

*Keywords:* intermetallic, composite, spark plasma sintering.

**Введение.** В современном авиационном материаловедении существует конкретная и важная задача: разработка новых материалов для деталей авиационных систем преобразования энергии. Перспективными материалами для таких систем являются сплавы на основе TiAl ( $\gamma$ -фаза), поскольку отвечают многим требованиям, предъявляемым к материалам для изготовления деталей газотурбинных двигателей (например, высокая



рабочая температура, низкий удельный вес). Сплавы такого типа обладают уникальным комплексом физико-механических свойств, включающим в себя высокую прочность, жесткость, коррозионную стойкость, жаропрочность и жаростойкость в сочетании с относительно низкой плотностью [1]. В рамках данной работы рассматривается возможность и эффективность формирования композитов с разнородными слоями, поскольку слоистая структура отличается от монолитных более высоких показателей трещиностойкости и усталостной прочности [2]. Кроме того, введение прослоек твердой фазы способствует повышению прочности и жесткости в определенных направлениях. Цель данной работы – исследование структуры слоистых композиционных материалов на основе TiAl, упрочненных частицами TiC и полученных методом искрового плазменного спекания.

**Материалы и методы.** Для формирования слоистой структуры композита были использованы титановые и алюминиевые фольги марок BT1-0 и А5 соответственно, а также порошок упрочняющей фазы TiC. Предварительно подготовленные фольги были поочередно уложены в титановую форму (внутренний диаметр – 26 мм, внешний диаметр – 28 мм, высота – 5 мм, толщина стенок – 1 мм), на поверхности каждой заготовки из алюминия равномерно распределялся порошок упрочняющей фазы ( $m = 0,052$  г). Сверху форма закрывалась титановой крышкой. Такая конструкция формы позволила избежать вытекания алюминия из зоны реакции, т. к. спекание проводилось при температуре выше его температуры плавления. На рис. 1 представлена схема титановой формы в графитовой пресс-форме.

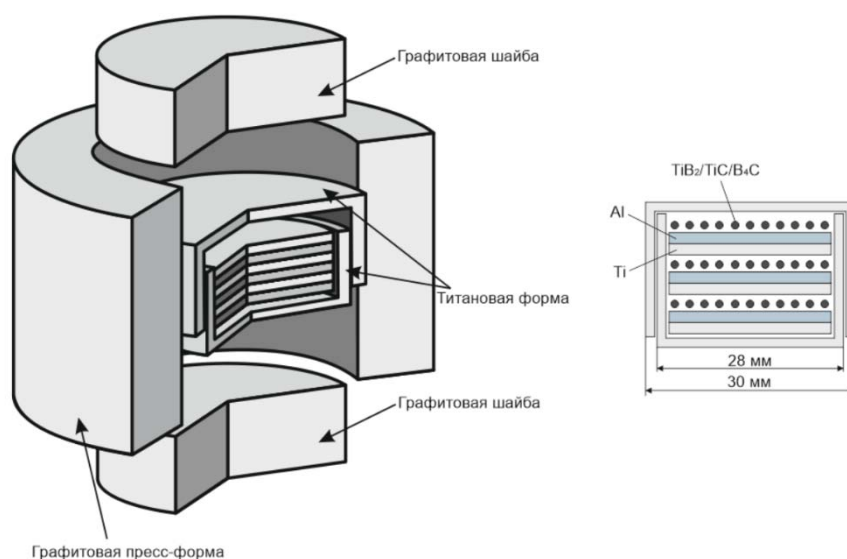


Рис. 1. Схема заполненной титановой формы в графитовой пресс-форме для ИПС

Формирование композитов производилось на установке искрового плазменного спекания (ИПС) LABOX-1575. ИПС образцов

осуществлялось в 2 этапа. Первый этап спекания проводился в течение 10 минут при температуре 830 °С и давлении 40 МПа; второй этап – при температуре 1250 °С и 10 МПа в течение 5 минут.

Структурные исследования материала, в том числе энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия (ЭРС), осуществлялись посредством растрового электронного микроскопа Carl Zeiss EVO 50 XVP. Для исследования зеренной и субзеренной структуры, а также определения фазового состава границ сопряжения металл-интерметаллид был использован просвечивающий электронный микроскоп FEI Company Tecnai G2 20 TWIN. Кроме того, определение фазового состава осуществлялась в процессе синхротронного исследования на Немецком электронном синхротроне (Deutsches Elektronen-Synchrotron, DESY) PETRA III.

**Результаты исследования и их обсуждение.** Спекание при температуре 830 °С позволило сформировать слоистый металл-интерметаллидный композит, структура которого представлена чередующимися слоями Ti и  $\text{TiAl}_3$  с прослойками карбидной составляющей (рис. 2, а). На рис. 3, а отчетливо видно, что в образце на границах раздела титана и триалюминид титана расположен тонкий переходный слой. Посредством ЭРС было установлено, что элементный состав слоя соответствует фазам  $\text{TiAl}_2$ ,  $\text{TiAl}$ ,  $\text{Ti}_3\text{Al}$  ( $\alpha_2$ -фаза). Образование переходного слоя обусловлено тем, что в ходе спекания весь алюминий был израсходован на формирование  $\text{TiAl}_3$ , но в процессе дальнейшего взаимодействия титана со сформированным триалюминидом титана образовались более богатые титаном соединения.

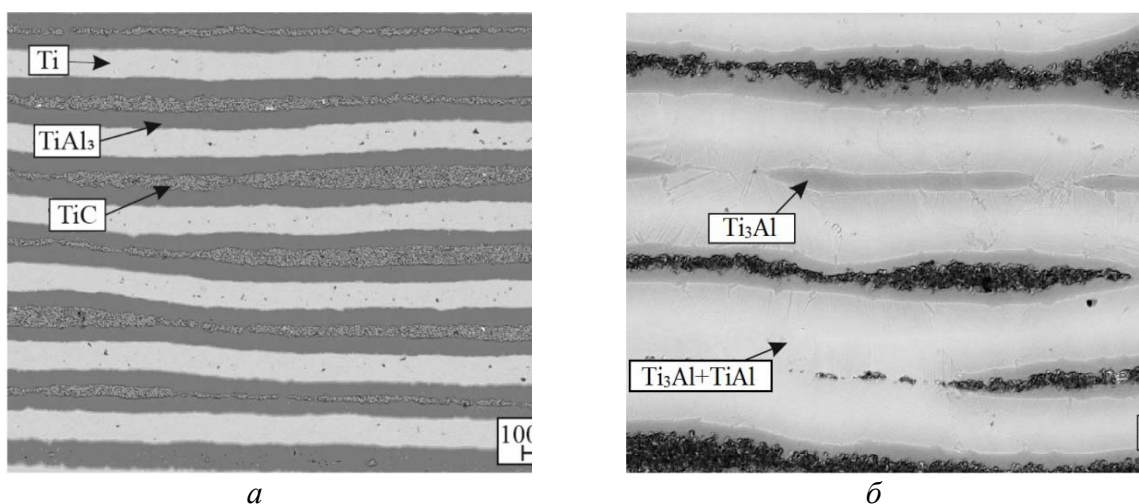


Рис. 2. Микроструктура материала «Ti–Al–TiC» после спекания при:  
а – 830 °С; б – 1250 °С

Второй этап ИПС при температуре 1250 °С был необходим для протекания структурных превращений, которые привели к формированию интерметаллид-керамического слоистого композита (рис. 2, б и 3, б). На

этом этапе была сформирована интерметаллидная структура пластинчатого типа, что характерно для смеси  $\alpha_2$ - и  $\gamma$ -фаз, что также подтверждается результатами ЭРС. На рис. 4 представлены результаты просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) для участка с ламельным строением. Морфология карбидных включений также была изменена, поэтому, ссылаясь на исследования зарубежных исследователей [3], можно предположить, что процесс спекания сопровождался протеканием реакции, результатом которой стала перекристаллизация карбидных соединений. Синхротронные исследования позволили выявить, что высокотемпературное спекание привело к формированию карбидной фазы состава  $\text{Ti}_2\text{AlC}$ .

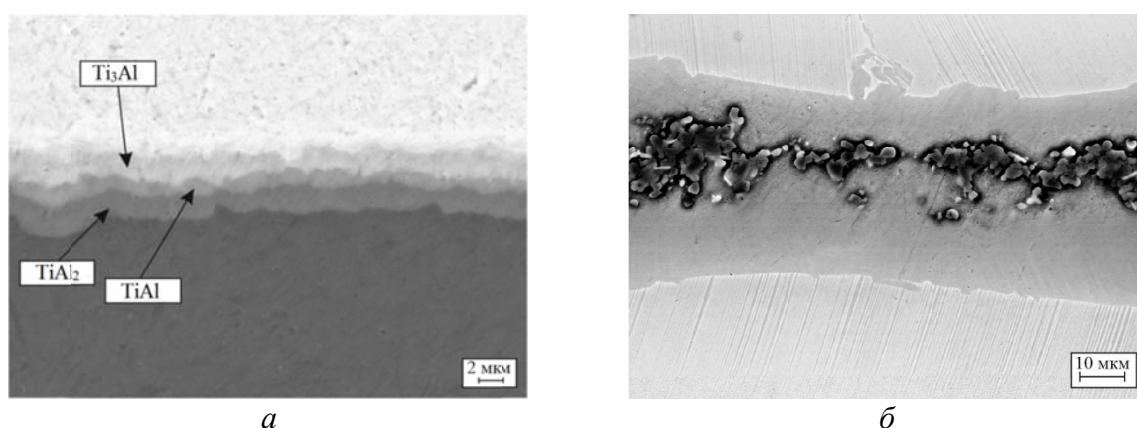


Рис. 3. Граница раздела между слоями после спекания при: *а* – 830 °С; *б* – 1250 °С

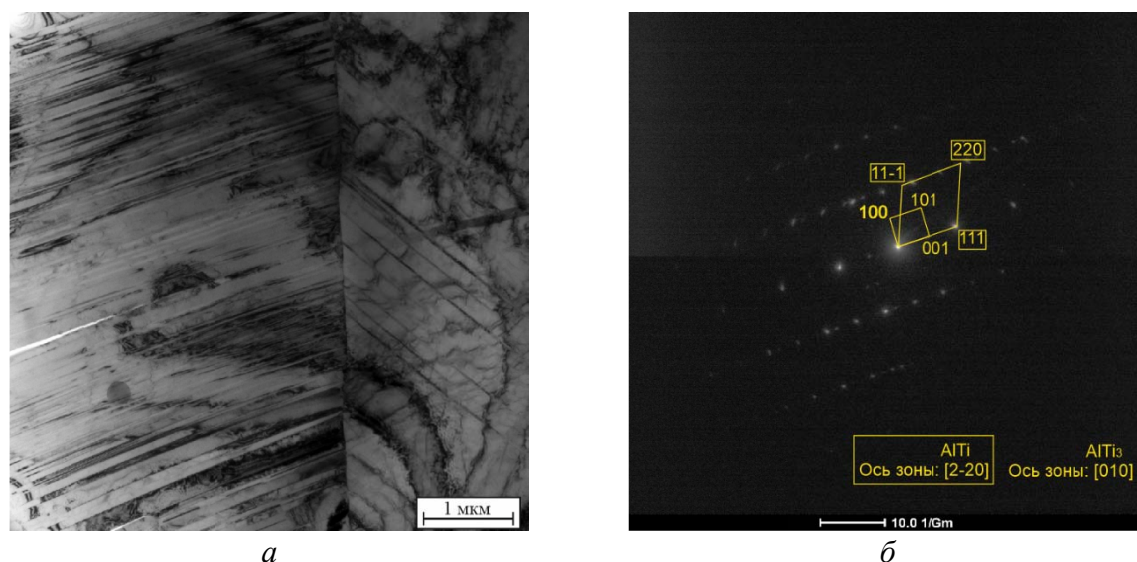


Рис. 4. Результаты ПЭМ: *а* – ламельная структура сплава на основе  $\gamma$ -фазы; *б* – обратная решетка

Кроме того, синхротронные исследования подтвердили предположения о фазовом составе композитов. После ИПС при 830 °С структурными составляющими были:  $\text{Ti}$ ,  $\text{TiAl}_3$  и  $\text{TiC}$ ; ИПС при 1250 °С привел к формированию  $\text{Ti}_3\text{Al}$  и  $\text{TiAl}$ . Это свидетельствует о том, что в

ходе высокотемпературного нагрева между имеющимися фазами произошла реакция, результатом которой стало формирование необходимой интерметаллидной структуры.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Appel F. Gamma Titanium Aluminide Alloys: Science and Technology / F. Appel, J. D. H. Paul, M. Oehring // Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. 2011. P. 465–478.
2. Vecchio K. S. Synthetic multifunctional metallic-intermetallic laminate composites / K. S. Vecchio // JOM. Journal of the minerals, metals and materials society. 2005. V. 57 (3). P. 25–31.
3. Improvement in mechanical properties and high temperature oxidation resistance of  $\gamma$ -TiAl intermetallic compounds by boronising / S. Kim [et al.] // Material Science and Technology. 1998. V. 14. P. 435–439.

***Е. В. Ханькова<sup>\*</sup>, С. И. Степанов, Ю. Н. Логинов, А. В. Корелин***

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

<sup>\*</sup>*xbxekaterina@yandex.ru*

## **ОСТАТОЧНАЯ ПОРИСТОСТЬ В ТИТАНОВЫХ ИМПЛАНТАТАХ, ПОЛУЧЕННЫХ АДДИТИВНЫМИ ТЕХНОЛОГИЯМИ**

На основе литературного обзора и собственных данных проанализированы виды пористости в титановых имплантатах, полученных аддитивными технологиями. В образцах, полученных SLS-процессом, выявлены поры, появившиеся за счет неполного слияния частиц. Материалы SLM технологий могут иметь такую же пористость, но в меньших проявлениях. В них чаще наблюдаются несплошности виде округлых пор. Третий вид пористости может быть обусловлен архитектурой 3D печати за счет программного обеспечения.

*Ключевые слова:* аддитивные технологии, 3D печать, пористость, структура, титановые сплавы.

***E. V. Khanykova, S. I. Stepanov, Yu. N. Loginov, A. V. Korelin***

## **RESIDUAL POROSITY IN TITANIUM IMPLANTS MANUFACTURED BY MEANS OF ADDITIVE TECHNOLOGIES**

Based on the literature review and own data, the porosity in titanium implants obtained by additive technologies is analyzed. In the samples obtained by the SLS process, pores appeared due to incomplete fusion of the particles. The materials of SLM technologies can have the same porosity, but in smaller manifestations. In them, discontinuities are more often seen as rounded pores. The third kind of porosity can be caused by the 3D printing architecture due to the software.

*Keywords:* additive technologies, 3D printing, porosity, structure, titanium alloys.

Выполненный литературный поиск в области применения аддитивных технологий при получении имплантатов хирургического назначения (например, [1, 2]) показал, что послойное формирование в инертной среде с использованием лазера является наиболее часто используемым методом. Наиболее развиты варианты аддитивных технологий SLS и SLM. С позиций наименьшего проявления остаточной микропористости кажется более предпочтительным вариант SLM, поскольку он предполагает полное сплавление частиц порошка, а вариант

SLS – только частичное. Следует отметить, что в данном случае речь идет именно об остаточной пористости, а не о макропористости, формируемой осознанно для создания той или иной архитектуры материала.

Частичное сплавление предполагает наличие мостиков схватывания между отдельными частицами. Тем самым создаются предпосылки для создания пор между частицами. В результате не достигается беспористое состояние, что должно приводить к изменению физико-механических свойств материала. Наличие пористости объявлено негативным явлением, поэтому для ее снижения предложено применять процесс горячего изостатического прессования (HIP) [3].

Ниже выполнено сравнение результатов получения образцов методом SLS по данным работы Benedetti и методом SLM, примененным в настоящем исследовании (рис. 1).

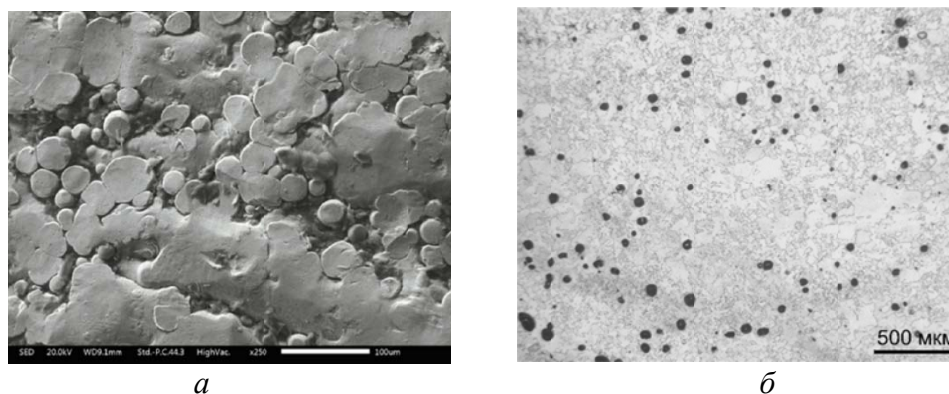


Рис. 1. Остаточная пористость в материале на основе сплава Ti6Al4V, полученном SLS-способом, по данным работы Benedetti (*a*), и SLM-способом в настоящей работе для титана (*б*)

Видно, что для метода SLS характерно наличие большого количества отдельных частиц, имеющих фрагментарные поверхности схватывания. В материале, полученном SLM-методом такие частицы тоже есть, но их количество достаточно мало. На фотографиях видно, что тот и другой материал обладает остаточной пористостью.

Наличие пористости приводит к необходимости формулировки уравнений связи с ней характеристик материала [4]. В порошковой металлургии, например, характеристики предела прочности на сжатие в свое время было предложено описывать уравнениями, где аргументом являлась относительная плотность материала. Впоследствии такие связи были усложнены введением инвариантных показателей напряженного состояния [5, 6]. Следует отметить, что само испытание на прочность при сжатии ячеистых структур предполагает определение довольно большого набора характеристик [7].



Сравнение макропористости и микропористости можно пояснить на примере создания архитектуры материала с ячейками из титанового сплава Ti–6Al–4V (рис. 2), приведенной в работе [8]. Здесь видно, что макропора, создающая элемент архитектуры, выполнена квадратного сечения. Но стенки ячейки могут обладать различной пористостью на микроуровне в зависимости от параметров 3D-печати в двух вариантах: при плотности энергии 45 (рис. 2, а) и 173 Дж/мм<sup>3</sup> (рис. 2, б) при параметрах процесса: мощность лазера 170 и 117 Вт, скорость сканирования 1250 и 225 мм/с, шаг сканирования 100 и 180 мкм, толщина слоя 30 мкм, диаметр пятна лазера 100 мкм.

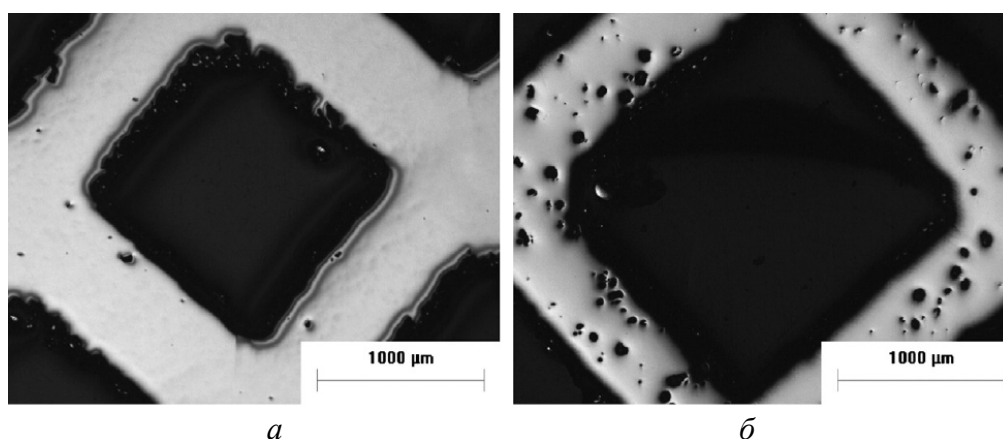


Рис. 2. Макро- и микропористость в материале на основе сплава Ti–6Al–4V, полученного в SLM-процессе, по данным работы Sallica-Leva, при плотности энергии 45 (а) и 173 Дж/мм<sup>3</sup> (б)

Как видно из рисунка, меньшая пористость была достигнута при большей плотности энергии. Можно также отметить, что характер микропористости здесь иной, чем в работе Benedetti. В методе CLS микропористость обусловлена наличием пустот между частицами, а на рис. 2, б видно, что поры имеют округлую форму, не характерную для такого вида пустот. Это говорит о том, что эти поры возникли другим путем. Основная гипотеза их возникновения состоит в большей чувствительности титана к водороду при повышенных температурах обработки. Авторы не могли утверждать, что водород полностью отсутствует в аргоне, примененным в этом случае в качестве защитной среды. Можно отметить, что такая чувствительность процесса к даже малому содержанию водорода, характерна для титановых сплавов.

На рис. 1, б также можно выявить поры с формой, приближенной к круглой, но при этом в этих пустотах могут располагаться частицы порошка, припавшие к поверхности с образованием пор по типу, характерному для SLS-процесса.

Выводы. Сравнение видов пористости, наблюдаемых в ячеистых материалах, полученных аддитивными технологиями, показывает наличие, по крайней мере, трех вариантов: макропористость, искусственно созданная технологией 3D печати, микропористость, обусловленная неполным слиянием частиц порошка и микропористость, обусловленная физико-химическими процессами в самом материале.

*Работа выполнена при финансовой поддержке постановления Правительства Российской Федерации от 9 апреля 2010 года № 218, номер соглашения 03.G25.31.0234 от 03.03.2017 г.*

## ЛИТЕРАТУРА

1. Computational prediction of the fatigue behavior of additively manufactured porous metallic biomaterials / R. Hedayati [et al.] // International Journal of Fatigue. 2016. V. 84. P. 67–79.
2. Additively manufactured metallic porous biomaterials based on minimal surfaces: A unique combination of topological, mechanical, and mass transport properties / F. S. L. Bobbert [et al.] // Acta Biomaterialia. 2017. V. 53. P. 572–584.
3. Fatigue limit of Ti6Al4V alloy produced by Selective Laser Sintering / M. Benedetti [et al.] // Procedia Structural Integrity. 2016, V. 2. P. 3158–3167.
4. Логинов Ю. Н. Развитие методов математического моделирования пластической деформации металлических пористых сред / Ю. Н. Логинов // Научно-технические ведомости СПбПУ. Естественные и инженерные науки. 2005. № 40. С. 64–70.
5. Логинов Ю. Н. Об уравнениях связи напряжений и деформаций для сжимаемого жестко-пластического материала / Ю. Н. Логинов, Н. Н. Шарафутдинов, В. Л. Колмогоров // Технология легких сплавов. 1977. № 4. С. 20–25
6. Колмогоров В. Л. К расчету плотности и прочности изделий, получаемых прессованием некомпактного материала / В. Л. Колмогоров, Ю. Н. Логинов // Обработка металлов давлением : сб. Екатеринбург, 1977. С. 84–87.
7. Испытание на осадку пористого имплантата, полученного аддитивным методом из титанового сплава / Ю. Н. Логинов [и др.] // Титан, 2017. № 2.
8. Sallica-Leva E. Microstructure and mechanical behavior of porous Ti–6Al–4V parts obtained by selective laser melting / E. Sallica-Leva, A. L. Jardini, J. B. Fogagnolo // Journal of the mechanical behavior of biomedical materials. 2013. V. 26. P. 98–108.



***Р. С. Городецкий<sup>1,2\*</sup>, Г. С. Захарова<sup>1</sup>***

<sup>1</sup>Институт химии твердого тела УрО РАН, г. Екатеринбург

<sup>2</sup>Уральский федеральный университет им. первого Президента России Б. Н. Ельцина, г. Екатеринбург

*\*rgorodetsky@mail.ru*

## ГИДРОТЕРМАЛЬНЫЙ СИНТЕЗ, МОРФОЛОГИЯ И СВОЙСТВА НАНОКОМПОЗИТА НА ОСНОВЕ ОКСИДА ВАНАДИЯ $V_2O_3@C$

В данной работе предложен новый гидротермальный метод получения нанокompозита  $V_2O_3@C$ . Методом РФА проведена идентификация полученного образца. С помощью КР-спектроскопии и термогравиметрического анализа доказано наличие углерода в полученном композите  $V_2O_3@C$ . Морфология и размеры частиц изучены с помощью СЭМ. Площадь удельной поверхности и преимущественный диаметр пор рассчитаны методом БЭТ.

*Ключевые слова:* нанокompозит  $V_2O_3@C$ , гидротермальный синтез.

***R. S. Gorodetsky, G. S. Zakharova***

## HYDROTHERMAL SYNTHESIS, MORPHOLOGY AND PROPERTIES OF NANOCOMPOSITES BASED ON VANADIUM OXIDE $V_2O_3@C$

In this work, a new hydrothermal method for obtaining nanocomposite  $V_2O_3@C$  was proposed. The XRD method was used to identify the sample obtained. With the help of Raman spectroscopy and thermogravimetric analysis, the presence of carbon in the resulting composite  $V_2O_3@C$  has been proved. Morphology and particle sizes were studied by SEM. The specific surface area and the preferred pore diameter were calculated by the BET method.

*Keywords:* nanocomposite  $V_2O_3@C$ , hydrothermal synthesis.

В последние десятилетия литий-ионные аккумуляторы широко используются в качестве источников питания для электронных устройств. В связи с этим все большее внимание уделяется изучению новых электродных материалов для литий-ионных батарей. Одним из таких перспективных материалов для литий-ионных батарей является нанокompозит на основе оксида ванадия  $V_2O_3@C$ .

Разработан и защищён патентом новый гидротермальный метод получения нанокompозита  $V_2O_3@C$ . Жидкофазное взаимодействие прекурсоров и карбонизация *in situ* углеродной составляющей обеспечивают гомогенное формирование композита. При этом происходит мягкое восстановление ионов ванадия до  $V^{3+}$ .

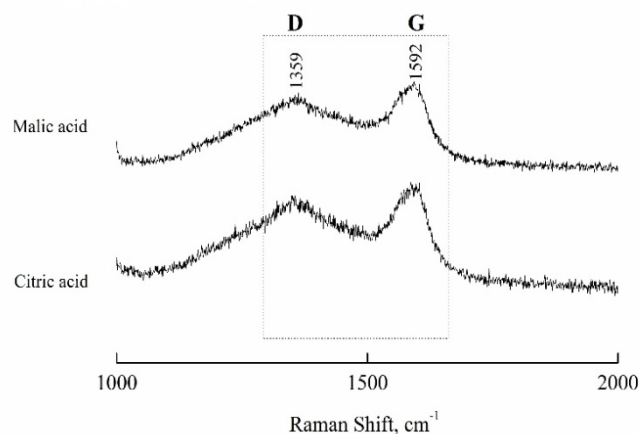


Рис. КР-спектр  $V_2O_3@C$

Композит  $V_2O_3@C$  кристаллизуется в гексагональной сингонии (ICSD #96–901–4899) с параметрами элементарной ячейки:  $a = 4.950(4)$  Å,  $c = 14.024(8)$  Å. Согласно данным сканирующей электронной микроскопии, частицы  $V_2O_3@C$  имеют форму микропластин длиной 400 - 800 нм и толщиной 30–40 нм. Наличие свободного углерода в синтезированном композите исследовано методом КР-спектроскопии. В области спектра 1100–1700  $\text{cm}^{-1}$  наблюдаются две интенсивные линии характерные для углерода: 1359  $\text{cm}^{-1}$  и 1592  $\text{cm}^{-1}$ . Линия при 1359  $\text{cm}^{-1}$  характеризует D-линию, которая соответствует связям C–C с  $sp^3$ -типом гибридизации. Значительное уширение данной линии показывает, что углерод в композите находится в аморфном состоянии. Линия при 1592  $\text{cm}^{-1}$  характеризует G-линию, соответствующую колебаниям атомов углерода в  $sp^2$ -гибридизации. Данная линия указывает на наличие в образце графитоподобного углерода. Присутствие углерода в композите  $V_2O_3@C$  также подтверждено термогравиметрическими измерениями, совмещёнными с масс-спектрометрией. На кривой ДСК в интервале температур 300–400 °С фиксируется сильный экзоэффект, соответствующий окислению углеродной составляющей композита. Методом БЭТ определены площадь удельной поверхности  $V_2O_3@C$  и преимущественный диаметр пор равные 25.8  $\text{m}^2/\text{g}$  и 5 нм, соответственно.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ-ГФЕН Китая (проект № 16-53-53069).*

***А. В. Иванова<sup>\*</sup>, Т. Д. Бекмурзин***

Новосибирский государственный технический университет, г. Новосибирск

<sup>\*</sup>*alina\_711@inbox.ru*

Научный руководитель – канд. техн. наук, доцент *Е. А. Дробяз*

## СТРУКТУРА И СВОЙСТВА САМОФЛЮСУЮЩИХСЯ ПОКРЫТИЙ, ЛЕГИРОВАННЫХ КАРБИДОМ ВОЛЬФРАМА

Исследованы структура и дюрометрические свойства самофлюсующихся покрытий, легированных карбидом вольфрама. Установлено, что структурные изменения, происходящие в покрытии при увеличении массовой доли карбида вольфрама, положительно сказываются на уровне микротвёрдости материала.

*Ключевые слова:* самофлюсующееся покрытие, карбид вольфрама, наплавка.

***A. V. Ivanova, T. D. Bekmurzin***

## STRUCTURE AND PROPERTIES OF SELF-FLUXING COATINGS DOPED BY TUNGSTEN CARBIDE

The structure and durometric properties of self-fluxing coatings doped with tungsten carbide have been studied. It is established that the structural changes occurring in the coating with increasing mass fraction of tungsten carbide have a positive effect on the microhardness of the material.

*Keywords:* self-fluxing coating, tungsten carbide, cladding.

В настоящее время всё большее распространение получили методы формирования упрочняющих покрытий, связанные с использованием концентрированных источников энергии. Одним из перспективных вариантов является разработанная в Институте ядерной физики СО РАН технология, использующая высокоэнергетические пучки релятивистских электронов [1–2]. Для её реализации были разработаны промышленные ускорители, позволяющие выводить в атмосферу пучок электронов с энергией 1–1,6 МэВ мощностью 100 кВт. По сравнению с другими методами поверхностного упрочнения, например лазерной обработкой, этот метод обладает рядом важнейших достоинств, среди которых следует выделить высокую мощность (до 100 кВт), высокие значения производительности и коэффициента полезного действия [1–3].

В качестве материалов, используемых для формирования multifunctional покрытий, широкое распространение получили многокомпонентные самофлюсующиеся сплавы на никелевой основе

системы Ni–Cr–Fe–Si–B. Их важнейшим преимуществом является образование при нагреве формирующегося покрытия тонкой легкоплавкой пленки борсодержащих стекол, предотвращающей негативное воздействие кислорода. Нанесение покрытий из порошков самофлюсующихся никельхромборкремниевых сплавов позволяет значительно увеличить износостойкость и коррозионную стойкость рабочих поверхностей деталей машин и оборудования, изготавливаемых из низколегированных сталей [1–2], а также защитить сварные соединения нефтепроводов, перекачивающих высокосернистую нефть [3].

Цель работы заключалась в анализе структурных преобразований, происходящих в поверхностных слоях низкоуглеродистой стали при наплавке порошковой смеси, содержащей порошок самофлюсующегося сплава и карбида вольфрама, электронным пучком, выведенным в воздушную атмосферу.

В качестве основного металла использовали пластины из низкоуглеродистой стали 20 размером 50 × 100 × 10 мм. С целью увеличения твердости и износостойкости покрытий в самофлюсующийся порошок ПН77Х15СЗР2 добавляли карбид вольфрама в количестве 10, 20 и 30 % (вес.). Порошковую смесь равномерно распределяли по поверхности пластины. Плотность насыпки составляла 0,45 г/см<sup>2</sup>.

Наплавку порошковых смесей производили на промышленном ускорителе электронов ЭЛВ-6 в Институте ядерной физики СО РАН по следующим технологическим параметрам: ток пучка – 25 мА; расстояние от выпускного окна до заготовки – 90 мм; энергия пучка электронов – 1,4 МэВ; скорость перемещения образца – 15 мм/с. Исследование микроструктуры наплавленных покрытий выполняли на микроскопе Carl Zeiss Axio Observer Alm. Для выявления микроструктуры исследуемые покрытия подвергались химическому травлению с использованием смеси, состоящей из хлорида железа (FeCl<sub>3</sub>), азотной (HNO<sub>3</sub>) и соляной (HCl) кислот. Оценку уровня микротвёрдости полученных покрытий осуществляли с помощью микротвердомера Wolpert Group 402MVD. Нагрузка на алмазный индентор составляла 0,98 Н.

Проведённые структурные исследования показали, что в процессе наплавки сформировалась дендритная структура. По границам ячеек дендритов располагается эвтектика. В покрытиях, содержащих 20 и 30 % карбида вольфрама, наблюдается большое количество карбидов WC.

Структурные изменения, происходящие в покрытии при увеличении массовой доли карбида вольфрама, положительно сказываются на уровне микротвёрдости материала. Анализ экспериментальных данных показал, что максимальным уровнем микротвёрдости обладают покрытия, легированные 30 % карбида вольфрама. Твёрдость данного покрытия достигает 1000 HV. Такой высокий уровень микротвёрдости обусловлен образованием карбидов вольфрама.

Таким образом, методом вневакуумной электронно-лучевой наплавки были сформированы самофлюсующиеся покрытия, легированные карбидом вольфрама. Покрытия обладают градиентной структурой, толщина упрочнённых слоёв достигает 1,7 мм. Высокие показатели уровня микротвёрдости свидетельствуют об образовании в процессе наплавки высокопрочных карбидов вольфрама.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Veis M. E. High voltage electron accelerators at a power of up to 90 kW / M. E. Veis, N. K. Kuksanov, B. M. Korabelnikov // *Radiation Physics and Chemistry*. 1990. V. 35. № 4–6. P. 658–661.
2. Голковский М. Г. Закалка и наплавка релятивистским электронным пучком вне вакуума / М. Г. Голковский. LAP LAMBERT Academic Publishing, 2007. 325 с.
3. Структура и свойства покрытий из самофлюсующегося сплава для защиты сварных соединений / Л. М. Гуревич [и др.] // *Известия ВолгГТУ (Проблемы материаловедения, сварки и прочности в машиностроении)*. 2008. Вып. 2. № 10 (48). С. 61–66.

***А. А. Филатов<sup>1,2\*</sup>, Н. Г. Молчанова<sup>1</sup>, А. А. Панкратов<sup>1</sup>,  
А. В. Суздальцев<sup>1</sup>, Ю. П. Зайков<sup>1,2</sup>***

<sup>1</sup>Институт высокотемпературной электрохимии УрО РАН, г. Екатеринбург

<sup>2</sup>Уральский федеральный университет имени первого Президента России

Б. Н. Ельцина, г. Екатеринбург.

\* *fill.romantic@yandex.ru*

## СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ЛИГАТУРЫ ALZR15 ИЗ ОКСИДОВ

В работе изложены некоторые закономерности нового энергоэффективного способа получения лигатур Al–Zr путем электролитического разложения оксидов  $Al_2O_3$  и  $ZrO_2$  в оксидно-фторидных расплавах  $KF-NaF-AlF_3$ . В серии экспериментов показана принципиальная возможность получения стандартизованной лигатуры AlZr15 с извлечением циркония из оксида 96–99.5 %. Исследованы некоторые особенности структуры полученных лигатур.

*Ключевые слова:* оксидно-фторидный расплав,  $ZrO_2$ , электролиз, лигатура, Al–Zr.

***A. A. Filatov, N. G. Molchanova, A. A. Pankratov,  
A. V. Suzdaltsev, Yu. P. Zaikov***

## METHOD FOR OBTAINING ALZR15 MASTER ALLOY FROM OXIDES

Some features of a novel energy effective method for Al–Zr master alloy synthesis via the electrolytic decomposition of  $Al_2O_3$  and  $ZrO_2$  oxides in  $KF-NaF-AlF_3$  oxide-fluoride melts described. Principal ability of AlZr15 master alloy obtaining with the zirconium yield of 96–99.5 % was shown in a number of electrolysis tests. Structure of typical Al–Zr master alloy was investigated.

*Keywords:* oxide-fluoride melt,  $ZrO_2$ , electrolysis, master-alloy, Al–Zr.

**Введение.** Сплавы алюминия с цирконием (Al–Zr) широко применяются в электротехнике, автомобилестроении, роботостроении, аэрокосмической и других отраслях, в то время как лигатуры Al–Zr востребованы при производстве многофункциональных алюминиевых сплавов, в том числе, сплавов Al–Zr. Преимущество алюминиевых лигатур заключается в уменьшении затрат на транспортировку готовой продукции и повышенное извлечение из исходного сырья ценного компонента - циркония.

В настоящее время наиболее распространенными способами опытно-промышленного производства лигатур Al–Zr являются:

– прямое смешение и прессование чистых порошков циркония и алюминия в брикеты с содержанием циркония до 70–80 мас. %, с последующим растворением этих брикетов в алюминии [1];

– алюминотермическое восстановление цирконий-содержащих солей с получением лигатур Al–Zr с содержанием циркония до 6 мас. % [2–4].

Несмотря на простоту и эффективность предложенные методы обладают рядом существенных недостатков, среди которых: использование дорогих реагентов (порошки чистого циркония и алюминия, фторцирконаты); необходимость использования защитной атмосферы и покровно-рафинирующего солевого флюса, который быстро насыщается по оксидам. Это повышает стоимость получаемых лигатур и приводит к потерям ценных компонентов.

Перспективным представляется получение лигатур Al–Zr с использованием в качестве источника циркония его оксида, который в значительных количествах содержится в природных ресурсах и техногенных отходах [5, 6]. Комплексная переработка такого сырья с получением лигатур Al–Zr возможна при электролизе оксидно-фторидных расплавов. Известны попытки опытно-промышленной реализации способа сплавов и лигатур Al–Zr при электролизе криолит-глиноземного расплава с добавками  $ZrO_2$  [7], однако какого-либо развития они не нашли.

В данной работе была исследована возможность получения лигатур Al–Zr при электролизе расплавов  $KF-NaF-AlF_3$  с добавками  $Al_2O_3$  и  $ZrO_2$ .

**Эксперимент.** Синтез лигатур Al–Zr проводили в тиглях из графита и корунда на воздухе при 720–950 °C. При электролизе использовали графитовый анод и жидкий алюминиевый катод. Электролиз проводили в гальваностатических условиях при катодной плотности тока до 0.6 А/см<sup>2</sup> [8]). Элементный состав полученных лигатур определяли спектрально-эмиссионным методом и рентгенофазовым анализами с использованием спектрометра iCAP 6300 Duo (Thermo scientific, США) и дифрактометра Rigaku D/MAX-2200VL/PC (Rigaku, Япония). Структуру и распределение Zr в лигатурах анализировали на сканирующем электронном микроскопе JMS-5900LV с микроанализатором INCA Energy 200 и энерго-дисперсионным микроанализатором INCA Wave 250 (JEOL, UK) (SEM и EDX анализы). Микротвердость шлифов лигатуры измеряли при помощи микротвердометра DuraScan (EmcoTest, Austria). Для измерений из отливок лигатур изготавливали шлифы при помощи режущего и шлифовального оборудования (Struers, Denmark).

**Результаты.** Перед электролизом была исследована кинетика алюминотермического восстановления оксида  $ZrO_2$ , растворенного в расплавах  $KF-NaF-AlF_3$ . В зависимости от температуры и состава расплава восстановление протекает в течение 60–120 мин., при этом увеличению извлечения циркония из оксида в алюминий способствуют

перемешивание алюминия, повышение температуры и снижение доли NaF в расплаве  $\text{KF-NaF-AlF}_3$ . Это можно объяснить большей растворимостью и скоростью растворения как исходного  $\text{ZrO}_2$ , так и продукта алюминотермической реакции ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) в расплаве  $\text{KF-AlF}_3$  [4, 8]. В целом при алюминотермическом синтезе удалось получить сплавы и лигатуры Al–Zr с содержанием циркония от 0.2 до 1.1 мас. % при извлечении циркония из оксида от 82 до 96 %.

В ходе электролиза расплавов  $\text{KF-NaF-AlF}_3\text{-Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$  при температуре от 720 до 950 °С алюминий механически перемешивали, а в расплав периодически погружали  $\text{ZrO}_2$  в соответствии с пропущенным количеством электричества. В результате были получены лигатуры Al–Zr с содержанием циркония от 2 до 15.8 мас. % циркония. При этом извлечение циркония из его оксида составило 96–99.5 %.

На Рис. 1 приведены оптические микрофотографии типичной лигатуры AlZr15 [9] при разном увеличении. Из них видно, что основная масса циркония в лигатуре представлена фазами интерметаллидного соединения  $\text{Al}_3\text{Zr}$  (по данным РФА) размером от 5 до 50 мкм. По данным химического анализа, полученные лигатуры содержали (мас. %): Si – 0.05; Fe – 0.1; Cu – менее 0.001; K и Na – менее 0.001. Уровень примесей в полученных лигатурах не превышает предел по ГОСТ Р 53777–2010 [9].

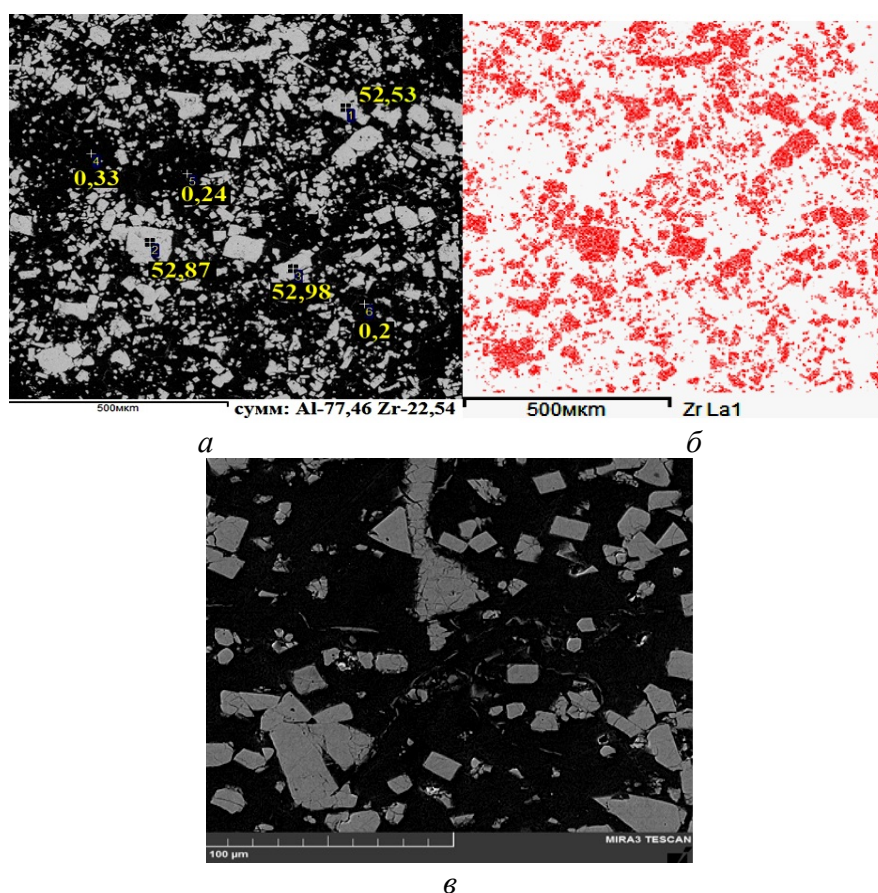


Рис. 1. Микрофотографии лигатуры Al–Zr с 15.8 мас. % циркония, полученной при электролизе расплава  $\text{KF-NaF-AlF}_3\text{-ZrO}_2$  при 820 °С.



Измерена микротвердость полученных сплавов и лигатур Al–Zr (рис. 2). Микротвердость при нагрузке HV 0.01...0.1 в среднем составила: сплавов с 0.4 мас. % циркония – 32–41; лигатуры Al–Zr с 15.8 мас. % циркония – 48–62; фаз  $\text{Al}_3\text{Zr}$ –98–130. Эти значения выше микротвердости чистого алюминия (15–20), измеренной подобным методом.

На основании проведенных исследований подана заявка на изобретение способа получения лигатур Al–Zr с содержанием циркония до 15 мас. %.

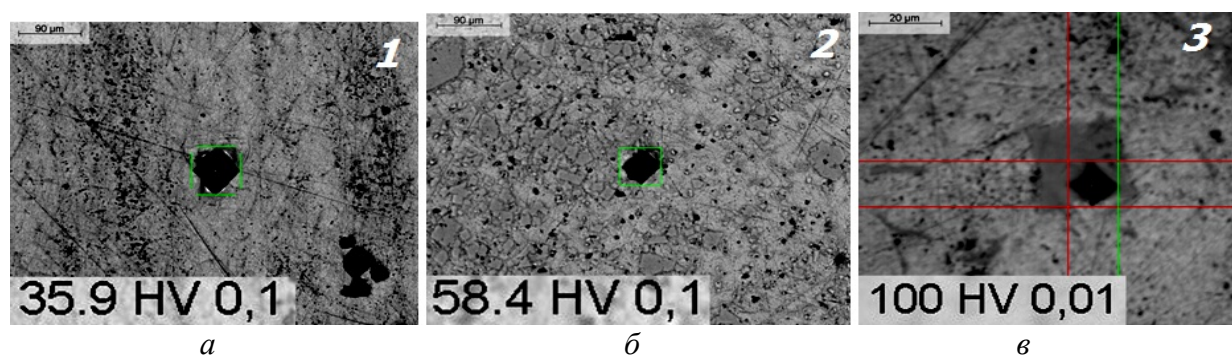


Рис. 2. Микротвёрдость сплавов Al–Zr: а – 0.4, б – 15.8, в –  $\text{Al}_3\text{Zr}$

*Благодарности.* Анализы состава и структуры полученных сплавов выполнены с использованием оборудования и методик в ЦКП «Состав вещества» Института высокотемпературной электрохимии УрО РАН.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Огородов Д. В. Способы получения лигатуры Al–Zr (обзор) / Д. В. Огородов, Д. А. Попов, А. В. Трапезников // Труды ВИАМ. 2015. № 11. С. 2–11.
2. Скачков В. М. Получение Sc-, Zr-, Hf-, Y-лигатур на основе алюминия методом высокотемпературных обменных реакций в расплавах солей / В. М. Скачков, С. П. Яценко // Цветные металлы. 2014. № 3. С. 22–26.
3. Металлотермическое восстановление циркония из оксидов / С. Н. Агафонов [и др.] // Цветные металлы. 2013. № 12. С. 66–70.
4. Synthesis of Al–Zr alloys via  $\text{ZrO}_2$  aluminium-thermal reduction in  $\text{KF-AlF}_3$ -based melts / P. S. Pershin [et al.] // Metallurgical and Materials Transactions B. 2017. V. 48. P. 1962–1969.
5. Rare Earth Deposits of the Murmansk Region, Russia – A Review / A. O. Kalashnikov [et al.] // Economic Geology. 2016. V. 111. P. 1529.
6. Автоклавно-гидрометаллургическая переработка красного шлама глиноземного производства / А. В. Вайлерт [и др.] // Цветные металлы. 2014. № 3. С. 27–31.
7. Напалков В. И. Легирование и модифицирование магния и алюминия / В. И. Напалков, С. В. Махов. Москва : МИСИС, 2002. 376 с.

8. Катодные процессы при синтезе сплавов Al–Zr в расплаве KF–AlF<sub>3</sub>–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>–ZrO<sub>2</sub> / П. С. Першин [и др.] // Бутлеровские сообщения. 2017. Т. 49 (2). С. 110–116.
9. ГОСТ Р 53777–2010 Лигатуры алюминиевые. Технические условия. 11 с.

**З. А. Фаттахова<sup>1,2\*</sup>, Г. С. Захарова<sup>1</sup>**

<sup>1</sup>Институт химии твердого тела Уральского отделения Российской академии наук,  
г. Екатеринбург

<sup>2</sup>Уральский федеральный университет имени первого Президента России

Б. Н. Ельцина, г. Екатеринбург

\* *fattahova.zilara@yandex.ru*

Научный руководитель – проф., д-р хим. наук Г. С. Захарова

## ФУНКЦИОНАЛЬНЫЙ КОМПОЗИЦИОННЫЙ МАТЕРИАЛ НА ОСНОВЕ ОКСИДА МОЛИБДЕНА

Предложен эффективный гидротермально-микроволновой метод синтеза композита на основе триоксида молибдена и углерода ( $\text{MoO}_3/\text{C}$ ). Фазовый состав композита был исследован с помощью рентгенофазового анализа (РФА). Морфология, размер частиц полученных материалов определены на сканирующей электронной микроскопии (СЭМ). Наличие углерода в композите подтверждено термогравиметрическим анализом, совмещенным с масс-спектроскопией (ТГ–МС–ДСК) и КР-спектроскопией. Площадь удельной поверхности, преимущественный размер пор образцов были изучены методом низкотемпературной адсорбции азота (БЭТ).

*Ключевые слова:* триоксид молибдена, углерод, композит, гидротермально-микроволновой синтез.

***Z. A. Fattakhova, G. S. Zakharova***

## FUNCTIONAL COMPOSITE MATERIAL BASED ON MOLYBDENUM OXIDE

An effective hydrothermal-microwave method for the synthesis of a composite based on molybdenum trioxide and carbon ( $\text{MoO}_3/\text{C}$ ) has been proposed. The phase composition of the compound was investigated using X-ray phase analysis (XRD). The morphology and particle size of the as-prepared materials have been determined by scanning electron microscopy (SEM). The presence of carbon in the composite was confirmed using a thermogravimetric analysis combined with mass spectroscopy (TG–MS–DSC) and Raman spectroscopy. The specific surface area, the predominant pore size of the samples were studied by the low-temperature nitrogen adsorption method (BET).

*Keywords:* molybdenum trioxide, carbon, composite, hydrothermal-microwave synthesis.

Триоксид молибдена широко используется во многих отраслях современной техники. При этом с развитием нанотехнологий возникают

новые перспективные направления его применения. Это касается производства материалов в качестве ионоселективных электродов, электродных материалов химических источников тока, датчиков газов CO, NO, NO<sub>2</sub>, NH<sub>3</sub>. В последние годы интерес к композитам на основе оксида молибдена и углерода (MoO<sub>3</sub>/C) вызван их практическим применением в качестве катодного материала литий-ионных батарей.

Целью данной работы является разработка нового метода синтеза композита MoO<sub>3</sub>/C, а также исследование его структурных и текстурных характеристик.

Нами предложен уникальный метод синтеза композита, включающий гидротермально-микроволновую обработку реакционного раствора с последующим отжигом продукта в инертной атмосфере при 500 °C в течение 1 ч. В качестве источника молибдена и углерода использовали металлический молибден и карбоновую кислоту.

Согласно данным РФА композит MoO<sub>3</sub>/C изоструктурен α-MoO<sub>3</sub> и кристаллизуется в орторомбической сингонии с пространственной группой *Pbnt* и параметрами элементарной ячейки  $a = 3.954(3) \text{ \AA}$ ,  $b = 13.852(2) \text{ \AA}$ ,  $c = 3.692(9) \text{ \AA}$ . Согласно СЭМ частицы композита имеют стержневую морфологию и склонны к агломерации. Наличие углерода в композите подтверждено данными КР-спектроскопии, а также ТГ–МС–ДСК анализом, выполненном на воздухе. На КР-спектре образца в области 1000–1800 см<sup>-1</sup> наблюдается только G-полоса (1600 см<sup>-1</sup>), обусловленная колебаниями атомов углерода, находящихся в sp<sup>2</sup>-состоянии. Отсутствие D-полосы свидетельствует о том, что процесс формирования нанокompозита в гидротермально-микроволновых условиях сопровождается образованием монокристаллического графита с высокой степенью упорядочения. На КР-спектре композита также присутствуют полосы поглощения, характерные для орторомбической модификации MoO<sub>3</sub>. Убыль веса на ТГ-кривой, сопровождающаяся сильным экзоэффектом, позволила оценить содержание углерода в композите MoO<sub>3</sub>/C (~ 4 вес. %). Площадь удельной поверхности композита MoO<sub>3</sub>/C составляет 13.54 м<sup>2</sup>/г.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ-ГФЕН Китая (проект № 16-53-53069).*

**Н. Ю. Юрченко\***

НИЛ «Объемных наноструктурных материалов», НИУ «БелГУ», г. Белгород

\* [yurchenko\\_nikita@bsu.edu.ru](mailto:yurchenko_nikita@bsu.edu.ru),

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук Г. А. Салищев

## ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ВЫСОКОЭНТРОПИЙНОГО СПЛАВА $\text{Al}_{0,5}\text{Mo}_{0,5}\text{NbTa}_{0,5}\text{Ti}_{1,5}\text{Zr}$

Исследованы структура и механические свойства высокоэнтропийного сплава  $\text{Al}_{0,5}\text{Mo}_{0,5}\text{NbTa}_{0,5}\text{Ti}_{1,5}\text{Zr}$ . В литом состоянии и после отжига при  $T = 1400^\circ\text{C}$  сплав состоит из оцк и B2 фаз. Отжиг приводит к увеличению прочности при  $T = 22^\circ\text{C}$  с 1195 МПа до 1470 МПа и падению пластичности с 11,6 до 0,6 %, но не влияет на высокотемпературную прочность: при  $T = 800^\circ\text{C}$  пределы текучести литого и отожженного состояния равны 600 и 625 МПа, соответственно. Продemonстрировано хорошее соответствие между результатами термодинамического моделирования и экспериментальными данными.

*Ключевые слова:* высокоэнтропийные сплавы, структура, механические свойства, термодинамическое моделирование, фазовые превращения

**N. Yu. Yurchenko**

## INVESTIGATION OF STRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF THE $\text{Al}_{0,5}\text{Mo}_{0,5}\text{NbTa}_{0,5}\text{Ti}_{1,5}\text{Zr}$ HIGH-ENTROPY ALLOY

Structure and mechanical properties of the  $\text{Al}_{0,5}\text{Mo}_{0,5}\text{NbTa}_{0,5}\text{Ti}_{1,5}\text{Zr}$  high-entropy alloy were studied. In the as-cast state and after annealing at  $T = 1400^\circ\text{C}$ , the alloy consists of bcc and B2 phases. Annealing increases the strength at  $T = 22^\circ\text{C}$  from 1195 MPa to 1470 MPa and decreases the plasticity from 11.6 to 0.6 %, but does not affect high-temperature strength: at  $T = 800^\circ\text{C}$ , yield strengths of the as-cast and annealed states are equal to 600 and 625 MPa, respectively. A good correlation between results of thermodynamic modeling and experimental data was demonstrated.

*Keywords:* high-entropy alloys, structure, mechanical properties, thermodynamic modeling, phase transformations.

Концепция высокоэнтропийных сплавов (ВЭСов) – сплавов, состоящих из 5 и более элементов, взятых в эквивалентных концентрациях, – была предложена Yeh [1] в 2004 году и предполагала формирование в таких сплавах неупорядоченных твердых растворов вследствие высокой энтропии смешения. Однако, как было показано позже, высокая энтропия

смещения не является ни достаточным, ни необходимым условием фазообразования в данных сплавах [2]. Тем не менее, переход от традиционного подхода к созданию металлических сплавов на основе одного базового компонента к многокомпонентному легированию позволил получить композиции с высокими механическими свойствами [3]. В частности, в 2010 году были представлены ВЭСы на основе тугоплавких элементов, продемонстрировавшие высокую прочность вплоть до 1600°C [4]. Основным недостаток этих сплавов – высокую плотность ( $> 10 \text{ г/см}^3$ ) – было предложено устранить за счет использования более легких элементов с высокими температурами плавления (Cr, Ti, Nb, V, Zr), а также Al. В результате был разработан сплав  $\text{AlMo}_{0,5}\text{NbTa}_{0,5}\text{TiZr}$  с плотностью  $7,4 \text{ г/см}^3$  и структурой, состоящей из упорядоченной B2 матрицы и гомогенно распределенных в ней наноразмерных кубоидов неупорядоченной оцк фазы [5]. Такой микроструктурный дизайн обеспечил экстраординарную высокотемпературную прочность, но ограниченную пластичность в интервале температур 22–800°C. Очевидно, наличие упорядоченной B2 матрицы оказывает определяющее влияние на механические свойства сплава. Недавно было показано, что механическое поведение B2 фазы в ВЭСах на основе тугоплавких элементов сильно зависит от степени упорядочения, которая, свою очередь, меняется от содержания Al [6]. Уменьшение концентрации Al снижает степень упорядочения B2 фазы и, тем самым, повышает низкотемпературную пластичность. Вероятно, рост пластичности в сплаве  $\text{AlMo}_{0,5}\text{NbTa}_{0,5}\text{TiZr}$  также может быть достигнут за счет снижения концентрации Al, при этом пропорциональное увеличение Ti позволит сохранить плотность сплава в диапазоне  $7\text{--}7,5 \text{ г/см}^3$ . Поэтому целью настоящего исследования было изучение структуры и механических свойств модифицированной композиции на основе системы Al–Mo–Nb–Ta–Ti–Zr, а именно сплава  $\text{Al}_{0,5}\text{Mo}_{0,5}\text{NbTa}_{0,5}\text{Ti}_{1,5}\text{Zr}$ .

На рис. 1 представлена расчетная диаграмма сплава  $\text{Al}_{0,5}\text{Mo}_{0,5}\text{NbTa}_{0,5}\text{Ti}_{1,5}\text{Zr}$ , полученная с помощью программного обеспечения Thermo-Calc и базы данных для высокоэнтропийных сплавов TCHEA2. Моделирование показывает, что сплав кристаллизуется через оцк\_B2 фазу, обогащенную Ta, Mo и Nb, при  $T = 1618^\circ\text{C}$ . При  $T = 1525^\circ\text{C}$  начинается выделение оцк\_B2#2 фазы, обогащенной Zr, Ti и Al, а при  $T = 925^\circ\text{C}$  – фазы  $\text{Zr}_5\text{Al}_3$ . При  $T = 1400^\circ\text{C}$  – температуре гомогенизационного отжига сплава  $\text{AlMo}_{0,5}\text{NbTa}_{0,5}\text{TiZr}$  – согласно расчетной диаграмме, исследуемый сплав имеет двухфазную структуру с объемной долей фаз оцк\_B2 и оцк\_B2#2 равной 64 и 35 %, соответственно.

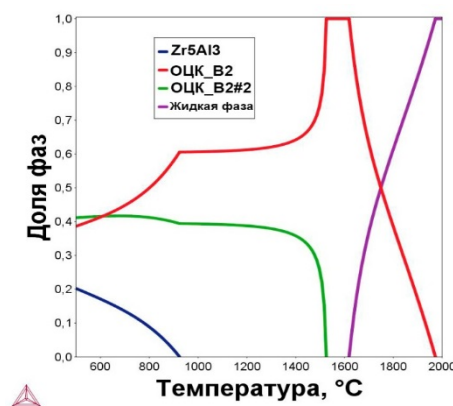


Рис. 1. Расчетная диаграмма сплава  $\text{Al}_{0.5}\text{Mo}_{0.5}\text{NbTa}_{0.5}\text{Ti}_{1.5}\text{Zr}$

На рис. 2 приведены рентгенограммы сплава  $\text{Al}_{0.5}\text{Mo}_{0.5}\text{NbTa}_{0.5}\text{Ti}_{1.5}\text{Zr}$  в литом состоянии и после отжига при  $T = 1400^\circ\text{C}$  со скоростью нагрева и охлаждения  $10^\circ\text{C}/\text{мин}$ . Как в литом, так и в отожженном состояниях сплав  $\text{Al}_{0.5}\text{Mo}_{0.5}\text{NbTa}_{0.5}\text{Ti}_{1.5}\text{Zr}$  состоит из оцк и B2 фаз, что хорошо согласуется с данными термодинамического моделирования (рис. 1). Параметры кристаллических решеток оцк и B2 фаз находятся в интервале  $0,3280\text{--}0,3290\text{ нм}$  и  $0,3330\text{--}0,3346\text{ нм}$ , соответственно.

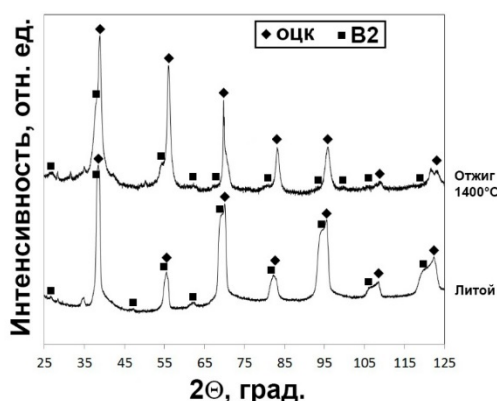


Рис. 2. Рентгенограммы сплава  $\text{Al}_{0.5}\text{Mo}_{0.5}\text{NbTa}_{0.5}\text{Ti}_{1.5}\text{Zr}$  в литом состоянии и после отжига при  $1400^\circ\text{C}$  со скоростью нагрева и охлаждения  $10^\circ\text{C}/\text{мин}$

На рис. 3 показаны РЭМ-изображения микроструктуры сплава  $\text{Al}_{0.5}\text{Mo}_{0.5}\text{NbTa}_{0.5}\text{Ti}_{1.5}\text{Zr}$  в литом и отожженном состояниях. В литом состоянии наблюдается сильно выраженная дендритная структура. Дендриты (светлые области на рис. 3, а) обогащены Ta, Mo и Nb, тогда как междендритные области (темные области на рис. 3, а) – Zr, Ti и Al. После отжига при  $1400^\circ\text{C}$  формируется зеренная структура со средним размером  $125 \pm 65\text{ мкм}$  (рис. 3, б). Внутри зерен можно наблюдать субзерна, структура границ которых похожа на структуру корзиночного плетения, обнаруженную ранее в сплаве  $\text{AlMo}_{0.5}\text{NbTa}_{0.5}\text{TiZr}$  [5]. Однако в

исследуемом сплаве размеры пластин несколько меньше, чем в сплаве  $\text{AlMo}_{0,5}\text{NbTa}_{0,5}\text{TiZr}$ , и равны  $50 \pm 10$  нм.

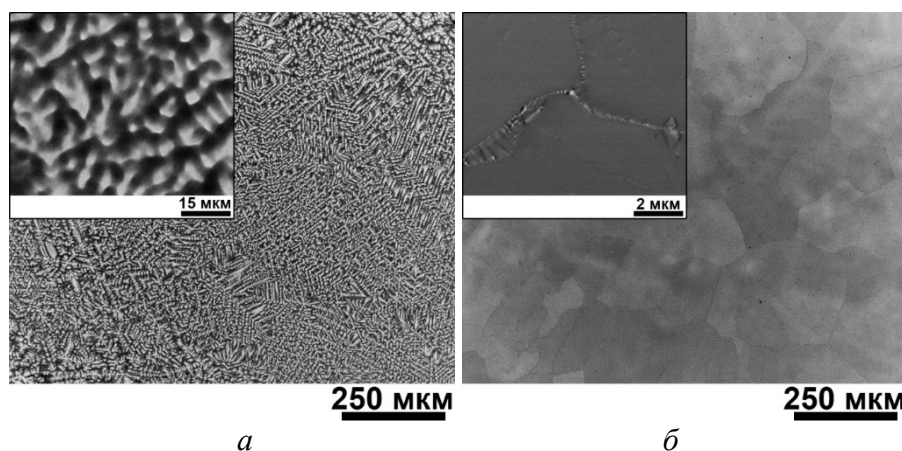


Рис. 3. РЭМ-изображения микроструктуры сплава  $\text{Al}_{0,5}\text{Mo}_{0,5}\text{NbTa}_{0,5}\text{Ti}_{1,5}\text{Zr}$ : *а* – в литом состоянии; *б* – после отжига при  $1400^\circ\text{C}$  со скоростью нагрева и охлаждения  $10^\circ\text{C}/\text{мин}$

Исследование плотности сплава  $\text{Al}_{0,5}\text{Mo}_{0,5}\text{NbTa}_{0,5}\text{Ti}_{1,5}\text{Zr}$  методом гидростатического взвешивания показало хорошее совпадение экспериментальных ( $7,32 \text{ г/см}^3$ ) и расчетных (по правилу смеси) данных ( $7,30 \text{ г/см}^3$ ). Измерение микротвердости в литом состоянии и после отжига при  $1400^\circ\text{C}$  показало, что отжиг повышает микротвердость сплава с 495 HV до 745 HV.

На рис. 4 представлены кривые напряжение–деформация, а в табл. 1 приведены данные по механическим свойствам, полученным в ходе испытаний на одноосное сжатие сплава  $\text{Al}_{0,5}\text{Mo}_{0,5}\text{NbTa}_{0,5}\text{Ti}_{1,5}\text{Zr}$ . При  $T = 22^\circ\text{C}$ , сплав в литом состоянии показывает предел текучести,  $\sigma_{0,2}$ , равный 1195 МПа и разрушается при 1545 МПа, достигая 11,6 % относительной деформации. Отожженный сплав при данной температуре показывает более высокий предел текучести ( $\sigma_{0,2} = 1470$  МПа), но крайне низкую пластичность –  $\varepsilon = 0,6$  %. При  $T = 800^\circ\text{C}$ , оба состояния показывают практически одинаковые пределы текучести ( $\sim 600$  МПа) и могут быть продеформированы до заданной степени деформации (50 %) без разрушения. Вид кривых напряжение–деформация также схож: в обоих состояниях присутствует стадия упрочнения с отчетливым пиком, сменяющаяся протяженной стадией разупрочнения.



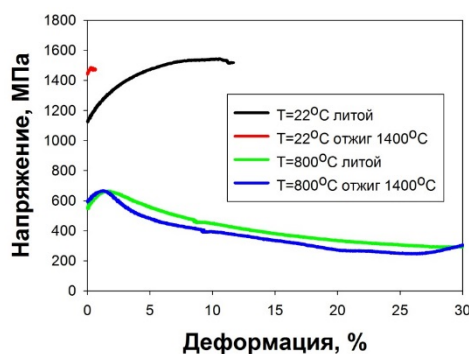


Рис. 4. Кривые напряжение–деформация сплава  $\text{Al}_{0,5}\text{Mo}_{0,5}\text{NbTa}_{0,5}\text{Ti}_{1,5}\text{Zr}$  в литом состоянии и после отжига  $1400^\circ\text{C}$   $10^\circ\text{C}/\text{мин}$

Таблица 1

Механические свойства сплава  $\text{Al}_{0,5}\text{Mo}_{0,5}\text{NbTa}_{0,5}\text{Ti}_{1,5}\text{Zr}$  в литом состоянии и после отжига  $1400^\circ\text{C}$   $10^\circ\text{C}/\text{мин}$

Состояние	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\sigma_{\text{пик}}$ , МПа	$\epsilon$ , %
$T = 22^\circ\text{C}$ (литой)	1195	1545	11,6
$T = 22^\circ\text{C}$ ( $1400^\circ\text{C}$ $10^\circ\text{C}/\text{мин}$ )	1470	1475	0,6
$T = 800^\circ\text{C}$ (литой)	600	665	> 30
$T = 800^\circ\text{C}$ ( $1400^\circ\text{C}$ $10^\circ\text{C}/\text{мин}$ )	625	665	> 30

*Исследование выполнено при финансовой поддержке РФФИ в рамках научного проекта № 16-38-00214 мол\_а*

## ЛИТЕРАТУРА

1. Nanostructured high-entropy alloys with multiple principal elements: Novel alloy design concepts and outcomes / J. W. Yeh [et al.] // Adv. Eng. Mater. 2004. V. 6. P. 299–303.
2. Miracle D. B. A critical review of high entropy alloys and related concepts / D. B. Miracle, O. N. Senkov // Acta Mater. 2017. V. 122. P. 448–511.
3. fracture-resistant high-entropy alloy for cryogenic applications / B. Gludovatz [et al.] // Science. 2014. V. 345 P. 1153–1158.
4. Refractory high-entropy alloys / O. N. Senkov [et al.] // Intermetallics. 2010. V. 18. P. 1758–1765.
5. Senkov O. N. Effect of aluminum on the microstructure and properties of two refractory high-entropy alloys / O. N. Senkov, S. V. Senkova, C. Woodward // Acta Mater. 2014. V. 68. P. 214–228.
6. Structure and mechanical properties of B2 ordered refractory  $\text{AlNbTiVZr}_x$  ( $x = 0\text{--}1.5$ ) high-entropy alloys / N.Y. Yurchenko [et al.] // Mater. Sci. Eng. A. 2017. V. 704. P. 82–90.

## СЕКЦИЯ 4. СВОЙСТВА МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ ПОСЛЕ ДЕФОРМАЦИОННОГО И ТЕРМИЧЕСКОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ

УДК 539

**Д. А. Хасанова\*, А. А. Чуракова**

Уфимский государственный авиационный технический университет, г. Уфа

\**dianamorth@mail.ru*

Научный руководитель – д-р физ.-мат. наук Д. В. Гундеров, канд. физ.-мат. наук

Э. С. Батыршин

### ИССЛЕДОВАНИЕ МИКРОСТРУКТУРЫ АМОРФНОГО СПЛАВА Ti–Ni–Cu, ПОДВЕРГНУТОГО ИПД МЕТОДОМ ПЭМ И АСМ

На атомно-силовом микроскопе было проведено исследование микроструктуры быстрозакаленного аморфного сплава  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$ , подвергнутого воздействию интенсивной пластической деформации кручением (ИПДК). На фольгах для исследования из исходного аморфного сплава  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$  развитого рельефа в АСМ не наблюдается. Можно предположить, что в результате ИПДК в аморфном сплаве  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$  формируется структура наноразмерных аморфных кластеров, разделенных аморфными же границами, которая выявляется при ионном травлении при подготовке фольг, что наблюдается в АСМ.

*Ключевые слова:* аморфные сплавы, интенсивная пластическая деформация, просвечивающая электронная микроскопия, металлические стекла.

**D. A. Khasanova, A. A. Churakova**

### INVESTIGATION OF MICROSTRUCTURE AMORPHOUS ALLOY Ti–Ni–Cu AFTER HPT METHOD TEM AND AFM

On an atomic force microscope, a study was conducted microstructure of the rapidly quenched amorphous  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$  alloy after HPT. On initial amorphous  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$  alloy method AFM developed relief is not observed. Maybe after HPT in amorphous  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$  forming clusters of amorphous nanoscale structure after ion etching.

*Keywords:* amorphous alloys, metal glass, transmission electron microscopy.

Деформации высокой степени на малопластичных материалах, а аморфные сплавы являются таковыми, позволяет достичь интенсивная пластическая деформация кручением (ИПДК), поскольку высокое квазигидростатическое давление препятствуют разрушению образцов [1–2]. За последние два десятилетия активно развивается тематика влияния ИПДК на аморфные материалы разных составов, в частности, работы [3–11]. Исследования [3–7] показали, что при воздействии ИПД в одних исходно-аморфных сплавах происходит расслоение на элементы и нанокристаллизация. При воздействии ИПД на другие аморфные сплавы нанокристаллизация может не наблюдаться [8, 9], однако изменяется структура, свободный объем, комплекс свойств и т. д. В работах [2, 3, 7] было исследовано воздействие ИПД на аморфные быстрозакаленные сплавы (БЗС) TiNiCu, и рассмотрены обнаруженные процессы ИПД-индуцированной нанокристаллизации. Отметим, что в аморфных сплавах Ti–Ni–Cu частичная нанокристаллизация при ИПД происходит без расслоения на элементы – нанокристаллизуется основная фаза B2 состава  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$  [3, 4, 7]. В ряде последних работ при ИПД БЗС  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$  наряду с нанокристаллизацией наблюдалось так же формирование кластерной структуры. При исследовании ИПД образцов методом ПЭМ в аморфной фазе наблюдались аморфные области нанометровых размеров различного контраста – нанокластерная аморфная структура [11, 12]. Нанокластерный характер аморфной структуры в сплаве  $(Fe_{0.45}Cu_{0.55})_{33}Al_8Zr_{59}$  обусловлен химическим расслоением – различием атомного состава кластеров и их границ [14]. После деформации на 7 % собственно в полосе сдвига кластеры распадаются (исчезают), а кластеры, находящиеся близко к ПС, с 3.3 нм увеличились до  $\sim 10$  нм [13]. Увеличение размеров кластеров в  $(Fe_{0.45}Cu_{0.55})_{33}Al_8Zr_{59}$  авторы связывают с активизацией диффузии в связи с ростом свободного объема вблизи полос сдвига. Но собственно нанокластеризация аморфной структуры при деформации, по-видимому, обнаружена впервые в [11] на ИПДК БЗС Ti–Ni–Cu.

Исследованы особенности микроструктуры аморфного сплава  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$ , подвергнутого ИПДК. Проведены ПЭМ и РПЭМ показывают, что в результате ИПДК в аморфном сплаве  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$  происходит образование полос сдвига. Непосредственно в полосах сдвига происходит нанокристаллизация, а в образцах около сдвиговых полос происходит образование наноразмерной кластерной аморфной структуры. Результаты исследования дают прямое доказательство того, что образование полос сдвига приводит к структурной гетерогенности, а тип этой гетерогенности (нанокристаллы/нанокластеры) зависит от расстояния от полос сдвига [12].

Исследованы особенности микроструктуры аморфного сплава  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$ , подвергнутого ИПДК. Для анализа природы кластерного

контраста в ИПДК  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$  были проведены АСМ исследования рельефа фольг для ПЭМ, приготовленной по принятым режимам. Полученные АСМ снимки поверхности и профили поверхности фольг исходного БЗС  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$  и образца после ИПДК представлены на рисунке ниже.

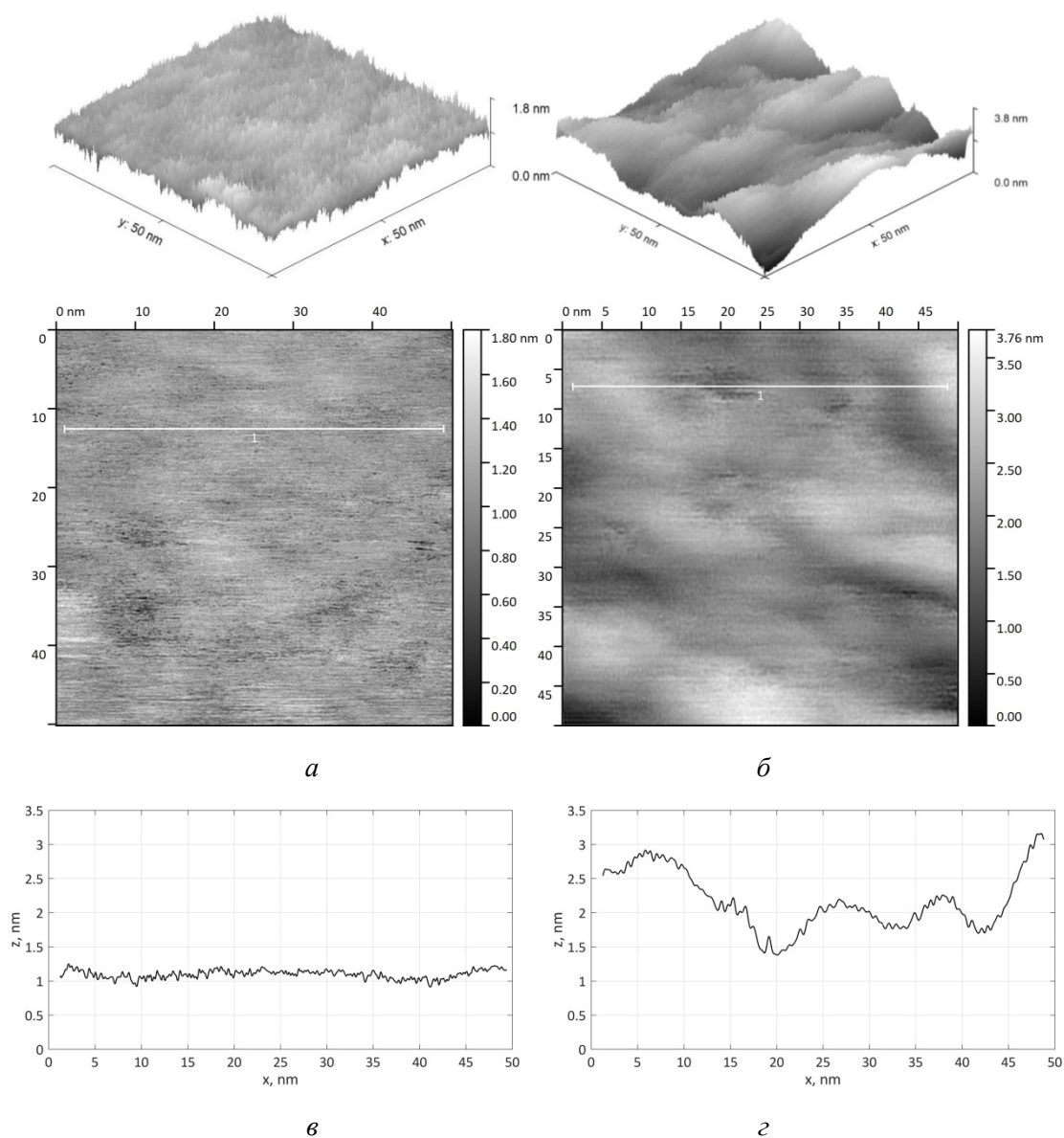


Рис. АСМ изображения поверхности фольги для ПЭМ: *а* – исходного БЗС  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$ ; *б* – образца после ИПДК; *в* – профиль поверхности фольги исходного БЗС; *г* – профиль поверхности фольги образца после ИПДК

Анализ данных АСМ показывает, что образец после ИПДК демонстрирует значительно более развитую поверхность (рельеф поверхности), чем исходный БЗС  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$ . Средняя глубина неровностей рельефа фольги исходного БЗС  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$  составляет около 0.3 нм, т. е. практически ровную поверхность. Средняя глубина

неровностей рельефа фольги подвергнутого ИПДК  $B3C\ Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$  составляет около 2 нм, и достигает 4 нм, а ширина углублений 10–30 нм (что близко к размерам наблюдаемых кластеров).

Формирование такого рельефа, возможно, является результатом обработки/травления поверхности при подготовке фольги для ПЭМ путем электрохимического травления. Однако формирование такого рельефа так же означает более интенсивное травление в «темных областях», что определяется уменьшенной плотностью. Как говорилось, в ряде работ уже отмечалось расслоение в аморфных сплавах по элементам при низкотемпературных отжигах [10, 15] и при ИПД [5, 6, 13]. Можно предположить, что существует разница в свободном объеме между кластерами и их границами. Перераспределение свободного объема происходит в областях, прилегающих к полосам сдвига, и это приводит к формированию структуры кластерного типа. Области кластерного типа в обработанном НРТ  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$  имеют структуру, подобную наноглассес, полученную путем уплотнения аморфных нанопорошков [14]. В связи с меньшей плотностью «тело» кластеров при ионной полировке вытравливается более интенсивно, что фиксируется более развитым рельефом фольги ИПДК образца и на РПЭМ снимках. Однако характер структуры кластерного типа в обработанном НРТ  $Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$  и физике его формирования требует дальнейших исследований.

Данные атомной сканирующей микроскопии показывают, что фольга образца после ИПДК демонстрирует значительно более развитый рельеф поверхности, в 10 раз большую глубину ямок рельефа, чем аналогично приготовленная ионным травлением фольга исходного  $B3C\ Ti_{50}Ni_{25}Cu_{25}$ . При этом ширина углублений поверхности фольги образца после ИПДК составляет около 25 нм (что близко к размерам наблюдаемых кластеров). По-видимому, это отражает кластерную структуру.

Вероятно, существует разница в свободном объеме между кластерами и их границами, и в связи с меньшей плотностью «тело» кластеров при ионной полировке вытравливается более интенсивно, что фиксируется более развитым рельефом фольги ИПДК образца и на РПЭМ снимках.

*Отдельная благодарность за участие в исследованиях Е. В. Убыйвовк, Е. В. Болтынюк, Р. Кильмаметов, Ю. С. Замула, Э. С. Батыршин, А. Р. Кильмаметов, Р. З. Валиев, А. В. Лукьянов.*

## ЛИТЕРАТУРА

1. Valiev R. Z. Nanostructuring of Metals by Severe Plastic Deformation for Advanced Properties / R. Z. Valiev // Nature Materials. 2004. V. 3. P. 511–516.
2. The Innovation Potential of Bulk Nanostructured Materials / R. Z. Valiev [et al.] // Adv Eng Mater. 2007. V. 9, № 7. P. 527–533.

3. The use of severe deformations for preparing bulk nanocrystalline materials from amorphous alloys / R. Z. Valiev [et al.] // Doklady Phys. 2004. V. 49. 519–521.
4. Nanocrystallization induced by severe plastic deformation of amorphous alloys / R. Z. Valiev [et al.] // Journal of Metastable and Nanocrystalline Materials. 2004. V. 22. P. 21–26.
5. Atomic-scale structural evolution in amorphous Nd<sub>9</sub>Fe<sub>85</sub>B<sub>6</sub> subjected to severe plastic deformation at room temperature / Li Wei [et al.] // Appl. Phys. Letters. 2009. V. 94. P. 231904.
6. The formation of nanocrystalline structure in amorphous Fe-Si-B alloy by severe plastic deformation / G. E. Abrosimova [et al.] // Journal of Metastable and nanocrystalline Materials 2005. V. 24–25. P. 69.
7. Glezer A. M. The cyclic character of phase transformations of the crystal double left right arrow amorphous state type during severe plastic deformation of the Ti<sub>50</sub>Ni<sub>25</sub>Cu<sub>25</sub> alloy / A. M. Glezer, R. V. Sundeev, A. V. Shalimova // Doklady Physics. 2011. V. 56, № 9. P. 476–47.
8. Wang X. D. Atomic-level structural modifications induced by severe plastic shear deformation in bulk metallic glasses/ X. D. Wang [et al.] // Scripta Materialia. 2011. V. 64. P. 81–84
9. Reversible transition of deformation mode by structural rejuvenation and relaxation in bulk metallic glass / F. Meng [et al.] // Appl. Phys. Lett. 2012. V. 101. P. 121914.
10. Work-Hardening Induced Tensile Ductility of Bulk Metallic Glasses via High-Pressure Torsion / Soo-Hyun Joo [et al.] // SCIENTIFIC REPORTS 2015. | DOI: 10.1038/srep09660.
11. Evolution of the amorphous structure in melt-spun Ti<sub>50</sub>Ni<sub>25</sub>Cu<sub>25</sub> alloy subjected to high pressure torsion deformation / D. V. Gunderov [et al.] // Intermetallics. 2015. V. 66. P. 77–81.
12. Stability of an amorphous ticuni alloy subjected to high-pressure torsion at different temperatures / D. V. Gunderov [et al.] // Advanced Engineering Materials. 2015. P. 1728–1732.
13. Local microstructure evolution at shear bands in metallic glasses with nanoscale phase separation / J. He [et al.] // Scientific report. 2016. R. 6. 25832.
14. Gleiter H. Nanostructured solids-From nano-glasses to quantum transistors / H. Gleiter, Th. Schimmel, H. Hahn // Nano Today 2014. V. 9. P.17–68.
15. Abrosimova G. E. Evolution of the structure of amorphous alloys / G. E. Abrosimova // Physics-Uspekhi. 2011. V. 54, № 12. P. 1227–1242.

***Е. В. Ласточкина<sup>\*</sup>, Г. Ю. Калинин, В. Б. Грибанова***

Центральный научно-исследовательский институт конструкционных материалов «Прометей» имени И. В. Горынина Национального исследовательского центра «Курчатовский институт», г. Санкт-Петербург

<sup>\*</sup>*npk3@crism.ru*

## КОМПЛЕКСНОЕ ИССЛЕДОВАНИЕ МЕТАЛЛА ОПЫТНОГО КУЗНЕЧНОГО СЛИТКА ИЗ АУСТЕНИТНОЙ АЗОТСОДЕРЖАЩЕЙ СТАЛИ Cr–Ni–Mn КОМПОЗИЦИИ ЛЕГИРОВАНИЯ

В работе представлены результаты исследования кузнечного слитка массой 4,65 т из высокопрочной маломагнитной азотсодержащей стали марки 04X20H6Г11М2АФБ.

Определено влияние плотности литого металла на структуру и свойства стали, количество и состав неметаллических включений, оценена степень ликвации элементов в металле слитка. Измерена магнитная проницаемость, и проведён анализ механических свойств.

*Ключевые слова:* азотсодержащая сталь, кузнечный слиток, химическая и структурная неоднородность, ликвация, аустенитная структура, карбонитриды.

***E. V. Lastochkina, G. Yu. Kalinin, V. B. Gribanova***

## COMPREHENSIVE STUDY OF METAL OF PILOT FORGE INGOT MADE OF AUSTENITIC NITROGEN-CONTAINING Cr–Ni–Mn ALLOYING STEEL

The paper presents the examination results of 4,65 t forging ingot made of high-strength non-magnetic nitrogen-bearing 04Kh20N6G11M2AFB (04X20H6Г11М2АФБ) steel.

The influence of cast metal density on structure and properties of steel as well as the quantity and the composition of non-metallic inclusions were determined. A liquation degree of elements in an ingot metal was also evaluated. A magnetic permeability was measured and the analysis of mechanical properties was performed.

*Keywords:* nitrogen-bearing steel, forging ingot, chemical and structural heterogeneity, segregation, austenitic structure, carbonitrides.

Производство литых заготовок разных массы и размеров – несомненное преимущество перед другими способами производства (ковкой, штамповкой), но при этом качество получаемых отливок должно гарантировать безаварийную работу детали весь срок эксплуатации.

Служебные характеристики изделий в значительной степени связаны с качеством металла слитков, затвердевание которых сопровождается развитием структурной и химической неоднородностей, выражающихся, в основном, в наличии области ликвации, а также в повышенном содержании ликватов в верхней части осевой зоны [1–2], поэтому актуальной задачей является комплексное исследование металла слитка после кристаллизации.

Примечательной особенностью является интенсивное развитие металлургии азотсодержащих сталей. Их применение для многих отраслей промышленности обусловлено уникальным сочетанием свойств [3–7].

В рамках данной работы специалистами ФГУП ЦНИИ «КМ «Прометей» совместно с ООО «ОМЗ-Спецсталь» был изготовлен опытный кузнечный слиток массой 4,65 т, отлитый методом сифонной разливки из стали марки 04X20H6Г11М2АФБ.

Из исследуемого слитка был изготовлен продольный осевой темплет для последующей визуальной оценки макроструктуры металла. Общий качественный анализ однородности литой структуры слитка показал наличие характерных структурных зон: поверхностная (корковая), зона столбчатых кристаллов и зона различно ориентированных кристаллов.

Проведен анализ магнитной проницаемости ( $\mu$ ) на трёх горизонтах (подприбыльная, средняя и донная часть) продольного осевого темплета слитка. Были получены значения  $\mu \leq 1,01$ , что указывает на формирование чисто аустенитной структуры. По результатам металлографического и рентгеноспектрального анализа в структуре обнаружены карбонитриды ниобия (NbCN).

Совместно со специалистами ООО «ТК «ОМЗ-Ижора» НИЦ в различных зонах слитка определена степень ликвации химических элементов в литом металле.

При комплексном исследовании слитка из высокопрочной аустенитной азотсодержащей стали было обнаружено, что наиболее дефектная зона со значительным преобладанием факторов (неметаллические включения, усадочная пористость), способных негативно сказываться на качестве металла, расположена в осевой части слитка. Полученные результаты предполагают корректировку процесса изготовления слитка, обеспечивающую получение качественных полуфабрикатов с минимальным развитием ликвационной неоднородности и контролируемым расположением усадочных дефектов.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Руцкий Д. В. Ликвация в крупных кованых изделиях / Д. В. Руцкий, С. И. Жульев, К. Е. Титов // Проблемы черной металлургии и материаловедения. 2008. № 2. С. 21–26.



2. Посламовская Ю. А. Особенности формирования нижней части крупных кузнечных слитков Cr–Ni–Mo сталей / Ю. А. Посламовская, С. И. Жульев // *Металлург*. 2008. № 4. С.67–70.
3. Высокопрочные аустенитные стали / М. В. Приданцев [и др.]. Москва : *Металлургия*, 1969. 248 с.
4. К вопросу о перспективах широкого внедрения аустенитных сталей, легированных азотом / Г. Ю. Калинин [и др.] // *Морской вестник*. 2010. № 4 (36). С. 82–83.
5. Создание перспективных принципиально новых коррозионно-стойких корпусных сталей, легированных азотом / И. В. Горынин [и др.] // *Вопросы материаловедения*. 2005. № 2 (42). С. 40–54.
6. Высокопрочные аустенитные свариваемые стали для судостроения / В. А. Малышевский [и др.] // *Вопросы материаловедения*. 2014. № 2 (78). С. 26–35.
7. Малышевский В. А. Современные маломагнитные стали для судостроения / В. А. Малышевский, Г. Ю. Калинин, А. А. Харьков // *Судостроение*. 2011. № 1 (65). С. 17–27.

***А. С. Долженко\*, Ж. Ч. Янушкевич, А. Н. Беляков***

Национальный исследовательский университет «Белгородский государственный университет», г. Белгород

*\*lugovskaya.anastasiya94@gmail.com*

Научный руководитель – д-р физ.-мат. наук *А. Н. Беляков*

## ВЛИЯНИЕ ТЕМПФОРМИНГА НА МИКРОСТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НИЗКОУГЛЕРОДИСТОЙ СТАЛИ ТИПА S700MC

Исследовано влияние темпформинга на микроструктуру и механические свойства высокопрочной низкоуглеродистой стали типа S700MC. Темпформинг способствует формированию ультрамелкозернистой структуры с образованием дисперсных карбидов. Деформационно-термическая обработка способствует значительному увеличению прочностных характеристик исследуемой стали, а также значений ударной вязкости в интервале температур от – 196 до 20 °С.

*Ключевые слова:* высокопрочная низкоуглеродистая сталь, темпформинг, ультрамелкозернистая структура.

***A. S. Dolzhenko, Zh. Ch. Yanushkevich, A. N. Belyakov***

## INFLUENCE OF TEMPFORMING ON MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES IN LOW-CARBON S700MC-TYPE STEEL

The effect of the tempforming on the microstructure and mechanical properties of high-strength low-carbon S700MC steel was studied. The tempforming resulted in the development of ultra-fine grained microstructure. The tempered microstructures were characterized by the formation of dispersed carbides. The thermomechanical treatment led to significant increase in tensile strength and impact toughness at test temperature from – 196 to 20°C.

*Keywords:* high-strength low-carbon steel, tempforming, ultra-fine grained microstructure.

Высокопрочные низколегированные стали являются широко используемыми материалами в большинстве отраслей промышленности из-за их низкой стоимости и хорошего сочетания прочности, пластичности и вязкости [1]. Однако эти высокопрочные стали обычно характеризуются недостаточной энергией удара: от 10 до 40 Дж при комнатной температуре [1–3]. Такая низкая вязкость часто ограничивает их структурные применения. Для конструкционных сталей, которые должны быть как прочными, так и вязкими (устойчивыми к разрушению), они не должны

использоваться при температурах ниже температуры хрупко-вязкого перехода (ХВП), при которой сталь теряет свою вязкость и трещины распространяются хрупко. Основным методом снижения температуры ХВП является уменьшение размера зерна [4–8]. Ультрамелкозернистая структура уменьшает концентрацию напряжений на границах зерен, особенно на тройных стыках [7]. Однако упрочнение путем измельчения зерна до 1 мкм или менее приводит к резкому снижению пластичности и низкой вязкости при комнатной температуре. Японские ученые предложили интересный подход к повышению вязкости и понижению температуры ХВП высокопрочной низколегированной стали [9]. Он состоит в формировании слоистой структуры с поперечным размером зерна около 100 нм и равномерным распределением дисперсных наноразмерных частиц вторичных фаз. Эта термомеханическая обработка называется темпформинг. Таким образом, целью настоящей работы является изучение микроструктуры и механических свойств высокопрочной низколегированной стали, подвергнутой темпформингу (для сравнения была выбрана вторая термообработка – аусформинг).

В качестве объекта исследований была выбрана высокопрочная низкоуглеродистая сталь типа S700MC ( $\text{Fe}-0,09\text{C}-0,12\text{Si}-1,19\text{Cr}-1,55\text{Mn}-0,003\text{P}-0,005\text{S}-0,05\text{Nb}-0,025\text{Al}-0,05\text{Ti}-0,42\text{Mo}-0,09\text{V}-0,003\text{B}$ ). Стальной слиток был подвергнут гомогенизационному отжигу при температуре 1150 °С в течение часа и ковке при температуре отжига с последующим охлаждением на воздухе. Полученная заготовка была подвергнута закалке при температуре 1100 °С с охлаждением в масле (исходная термообработка (рис. 1, а)), после чего была получена мелкозернистая ферритная структура со средним размером зерна 5 мкм. В качестве деформационно-термической обработки были выбраны два способа. Первый способ – аусформинг, суть которого состоит в прокатке с понижением температуры от 1000 °С до 850 °С до истинной степени деформации  $\varepsilon \sim 0,9$ . Второй способ включал закалку с 1100 °С, отпуск при 650 °С в течение часа и прокатку при температуре отпуска (темпформинг) до истинной степени деформации  $\varepsilon \sim 1,5$ .

Аусформинг приводит к формированию структуры реечного мартенсита (рис. 1, б). Величина исходного аустенитного зерна 18–20 мкм. Зерна, в свою очередь, состоят из пакетов, разделенных на блоки размером 1,5 мкм. Микроструктура высокопрочной низкоуглеродистой стали, сформировавшаяся в процессе темпформинга (рис. 1, в), состоит из вытянутых вдоль направления прокатки зерен. Темпформинг приводит к существенному измельчению микроструктуры – средний поперечный размер зерен составляет 530 нм. Следует отметить, что темпформинг также приводит к образованию текстур волокон в направлениях  $\langle 111 \rangle$  и  $\langle 001 \rangle$ , параллельных ND.

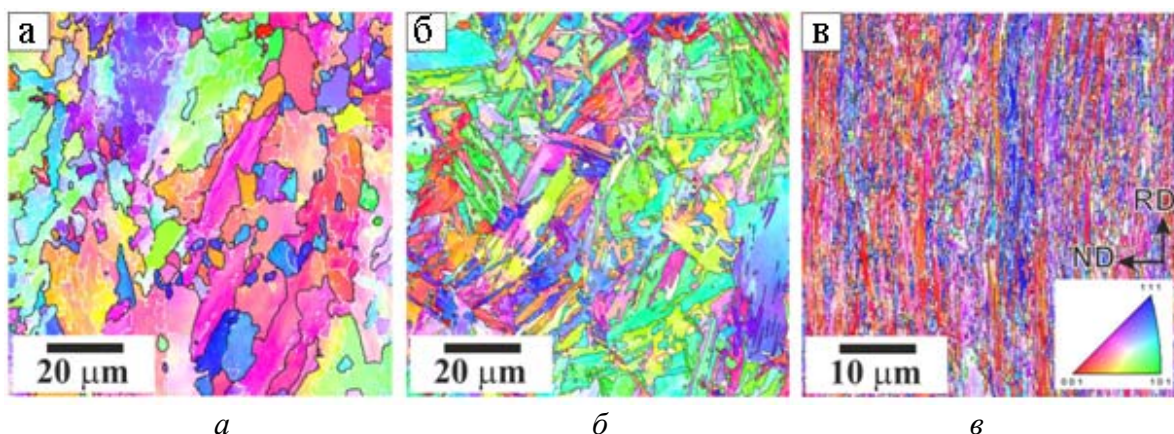


Рис. 1. Микроструктуры высокопрочной низкоуглеродистой стали типа S700MC после: *а* – исходной ТО, *б* – аусформинга, *в* – темпформинга

Деформационно-термическая обработка в обоих случаях приводит к существенному повышению прочностных характеристик исследуемой стали по сравнению с исходной обработкой. Аусформинг (AF) приводит к повышению предела текучести с 570 до 910 МПа и предела прочности с 795 до 980 МПа, а также к незначительному снижению пластичности с 17 до 13 %. Однако более эффективным способом повышения прочностных характеристик высокопрочной низкоуглеродистой стали типа S700MC является темпформинг (TF). Предел прочности и предел текучести достигают 1110 и 1090 МПа (рис. 2, *а*). Повышение прочностных характеристик после темпформинга связано с формированием мелкозернистой слоистой микроструктуры.

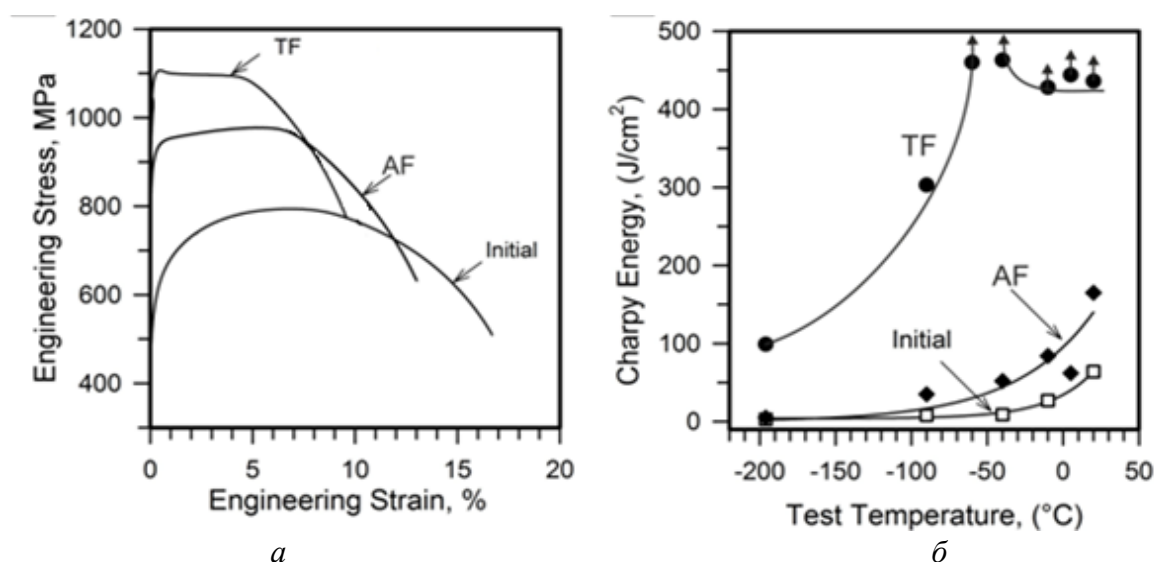


Рис. 2. Кривые растяжения при комнатной температуре (*а*) и ударная вязкость при различных температурах (*б*) стали типа S700MC, подвергнутых различной обработке. Стрелки говорят о том, что образец не разрушился

Исследования ударной вязкости стали типа S700MC показали, что деформационно-термическая обработка позволяет значительно повысить значения ударной вязкости как при комнатной, так и при отрицательных температурах (рис. 2, б). После аусформинга значения ударной вязкости при комнатной температуре выросли с 51 Дж/см<sup>2</sup> до 165 Дж/см<sup>2</sup> по сравнению с исходным состоянием. Ударная вязкость исследуемой стали, подвергнутой темпформингу, достигает максимального значения при температуре –40 °С ( $KCV_{-40^{\circ}C} > 463$  Дж/см<sup>2</sup>) с последующим снижением ударной вязкости при уменьшении температуры испытаний. Значение ударной вязкости при температуре жидкого азота  $KCV_{-196^{\circ}C} = 99$  Дж/см<sup>2</sup>. При температурах от 20 до –90 °С наблюдается расслаивание структуры, которое происходит почти параллельно продольному направлению прокатки. При температуре –196 °С наблюдается зигзагообразное распространение трещины.

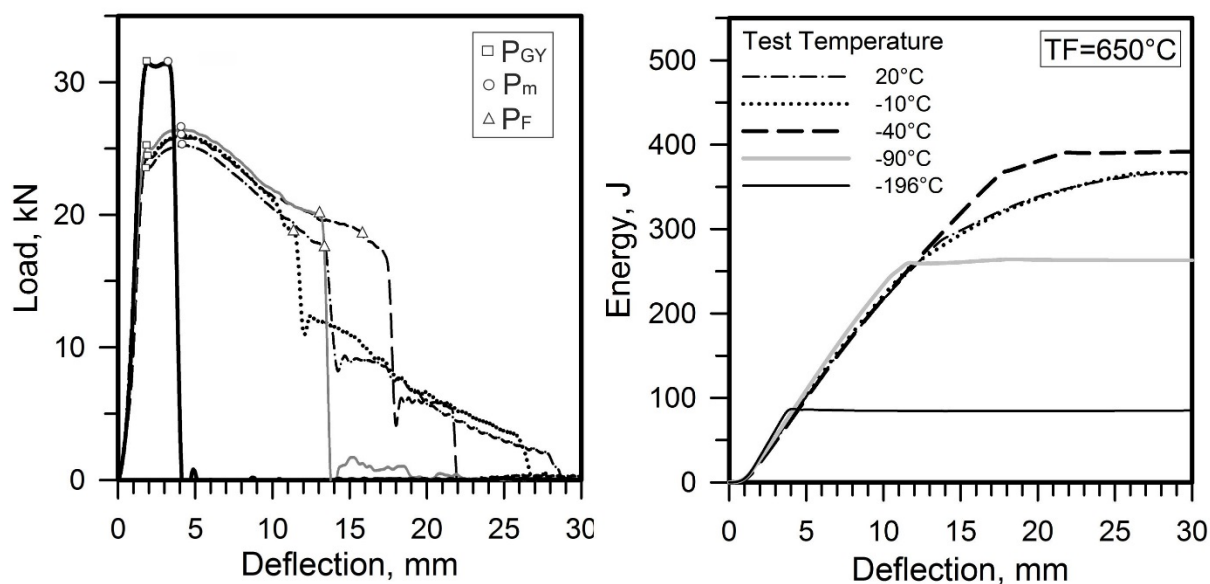


Рис. 3. Графики кривых нагрузка–прогиб и поглощенная энергия–прогиб стали типа S700MC, подвергнутой темпформингу

Анализ кривых нагрузка-прогиб низколегированной стали типа S700MC (рис. 3) показывает, что разрушение происходит с большим поглощением энергии. При испытаниях на удар при температурах от –40 до 20 °С полная поглощенная энергия составляет ~ 400 Дж. Нагрузка, при которой наблюдается общее начало текучести ( $P_{GY}$ ) достигается при прогибе от 1,7 до 2,2 мм в исследуемом диапазоне температур испытаний. Четко определенная точка  $P_F$ , указывающая на нестабильное распространение трещины, появляется при температурах от –90 до 20 °С. При температурах испытаний от –90 до 20 °С после достижения точки  $P_F$

дальнейшее скачкообразное уменьшение нагрузки может быть связано с постепенным распространением трещины.

Таким образом, деформационно-термическая обработка является эффективным способом улучшения механических свойств стали. Темпформинг стали типа S700MC приводит к формированию мелкозернистой структуры со средним поперечным размером зерна 530 нм. Предел прочности исследуемой стали, подвергнутой темпформингу, увеличивается с 795 до 1110 МПа. После темпформинга сталь демонстрирует высокую ударную вязкость, максимальное значение которой при температуре  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$  более  $463\text{ Дж/см}^2$ , с последующим снижением значений KCV до  $99\text{ Дж/см}^2$  при понижении температуры испытания до температуры жидкого азота. Разрушение происходит с большим поглощением энергии и сопровождается скачкообразным уменьшением нагрузки, которое может быть связано с постепенным распространением трещин.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Philip T. V. ASM International / T. V. Philip, T. J. McCaffrey // Metals Handbook. 1990. V. 1. P. 430–448.
2. Tomita Y. Development of fracture toughness of ultrahigh strength, medium carbon, low alloy steels for aerospace applications / Y. Tomita // Int. Mater. Rev. 2000. V. 45. P. 27–37.
3. Tomita Y. Low-Temperature improvement of mechanical properties of aisi 4340 steel through high-temperature thermomechanical treatment / Y. Tomita // Metall. Trans. 1991. V. 22A. P. 1093–1102.
4. The nature and consequences of coherent transformations in steel // J. W. Morris, Jr., C. S. Lee, Z. Guo // ISIJ Int. 2003. V. 43. P. 410–419.
5. Takaki S. Mechanical properties of ultra fine grained steels / S. Takaki, K. Kawasaki, Y. J. Kimura // J. Mater. Process. Technol. 2001. V. 117. P. 359–363.
6. Toughness of ultrafine grained ferritic steels fabricated by ARB and annealing process / N. Tsuji, S. [et al.] // Mater. Trans. 2004. V. 4. P. 227–228.
7. Raabe D. Mechanical properties of an ultrafine grained C–Mn steel processed by warm deformation and annealing / R. Song, D. Ponge, D. Raabe // Acta Mater. 2005. V. 54. P. 4881–4892.
8. Valiev R. Z. Enhanced low-temperature impact toughness of nanostructured Ti / V. V. Stolyarov, R. Z. Valiev, Y. T. Zhu // Appl. Phys. Lett. 2006. V. 88.
9. Inverse temperature dependence of toughness in an ultrafine grain-structure steel / K. Tsuzaki [et al.] // Science. 2008. V. 320. P. 1057–1060.

**И. С. Зуйко**\*

Белгородский государственный национальный исследовательский университет,  
г. Белгород

\* [zuiiko.ivan@bsu.edu.ru](mailto:zuiiko.ivan@bsu.edu.ru)

Научный руководитель – д-р физ.-мат. наук *Р. О. Кайбышев*

## ВЛИЯНИЕ ПРОМЕЖУТОЧНОЙ ДЕФОРМАЦИИ НА ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И СВОЙСТВА ТЕРМОУПРОЧНЯЕМОГО СПЛАВА СИСТЕМЫ Al–Cu–Mg–Mn

В работе исследовано влияние термомеханической обработки, включающей обработку на твердый раствор, закалку, прокатку при комнатной температуре и последующее искусственное старение при  $T = 190^{\circ}\text{C}$ , на микроструктуру и механические свойства высокопрочного алюминиевого сплава AA2519 (Al–5,64Cu–0,33Mn–0,23Mg–0,11Ti–0,08Fe–0,08Zn–0,1V–0,2Zr (вес. %)). Применение холодной пластической деформации значительно ускоряет процесс распада пересыщенного твердого раствора. После 40 % обжатия и старения на максимальную прочность сплав демонстрирует  $\sigma_{0.2} = 496$  МПа и  $\sigma_B = 536$  МПа, при этом пластичность остаётся на приемлемом уровне ( $\delta \geq 10$  %).

*Ключевые слова:* алюминиевый сплав, термомеханическая обработка, старение, микроструктура, механические свойства.

**I. S. Zuiiko**

## EFFECT OF INTERMEDIATE DEFORMATION ON MICROSTRUCTURE AND PROPERTIES OF WROUGHT AL–CU–MG–MN ALLOY

The effect of the thermomechanical treatments on the phase composition and mechanical properties of heat-treatable AA2519 aluminum alloy (Al–5.64Cu–0.33Mn–0.23Mg–0.11Ti–0.08Fe–0.08Zn–0.1V–0.2Zr) has been investigated. The heat treatment included solution heat treatment, cold rolling with reduction of 40 % and final artificial ageing at  $T = 190^{\circ}\text{C}$ . Processing of T840 is lead to significant acceleration of solid solution decomposition, qualitatively changes in phase composition and increasing in strength.

*Keywords:* aluminium alloy, thermomechanical treatment, ageing, microstructure, phase composition, mechanical properties.

### 1. Введение

В настоящее время перед ракетостроением стоит задача снижения массы носителя, что позволит увеличить вес полезного груза, следовательно, уменьшить стоимость вывода на орбиту каждого килограмма полезной нагрузки. Одним из основных материалов,

применяемых в конструкции ракетоносителей, является термоупрочняемые сплавы системы Al–Cu с различными легирующими добавками: Mn, Mg, Ag, Zr, Sc и Ti [1–3]. Известно, что такие сплавы применяют многие ведущие ракетостроительные фирмы мира [1, 3].

Одним из распространённых сплавов системы Al–Cu является сплав AA2219 (аналог российского 1201) [1, 3, 4]. В течение длительного времени из него производили баки для хранения водорода для американского многоразового транспортного космического корабля Спейс шаттла (Space Shuttle) [1]. Не так давно была разработана новая версия сплава – AA2519, в которой химический состав был изменен (введено 0,2вес. % Mg) с учетом последних достижений в технологии непрерывного литья, модифицирования литой структуры и фильтрации расплава. Совокупность вышеперечисленных факторов привела к тому, что сплав демонстрирует более высокие механические свойства как при комнатной, так и при криогенных температурах.

В качестве стандартной термомеханической обработки для сплава AA2519 применяется обработка T87 (закалка, холодная 7 % правка и последующее искусственное старение на максимальную прочность) [1, 4–6]. Для оценки потенциала повышения механических свойств данного сплава предлагается увеличить степень промежуточной пластической деформации, что в свою очередь потребует подбора оптимальных режимов последующего искусственного старения для достижения максимальных прочностных свойств. Цель настоящей работы – исследовать влияние термомеханической обработки, включающей большую пластическую деформацию методом прокатки с обжатием 40 %, на механические свойства и фазовый состав сплава AA2519 после старения на максимальную прочность.

## **2. Материал и методы исследования.**

Условия получения и гомогенизации сообщались ранее [4–6]. Гомогенизированную заготовку осадили при  $\sim 400\text{ }^{\circ}\text{C}$  вдоль наименьшей стороны до истинной степени деформации  $\varepsilon \sim 0,3$ , а затем подвергли горячей ( $T = 425^{\circ}\text{C}$ ) прокатке до истинной степени деформации  $\varepsilon \sim 1,3$ . Из центральной части полученного листа была вырезана пластина толщиной 5 мм. Пластину обработали на твердый раствор (выдержали при  $535\text{ }^{\circ}\text{C}$  в течение часа) и закалили в воду. Затем её прокатали на 40 % и изотермически отожгли (состарили) при  $T = 190\text{ }^{\circ}\text{C}$  в течении получаса. Условия испытания на одноосное растяжение, твёрдости и пробоподготовка образцов для ПЭМ были представлены в предыдущих работах [4–6].

## **3. Результаты и обсуждение**

*Механические свойства.* Известно, что после термической обработки T6 (обработка на твёрдый раствор и старение при  $190\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) пик прочности приходится на 12 часов [4, 5]. С увеличением степени пластической



деформации наблюдается характерная тенденция увеличения максимальной величины твердости образцов, которая достигается при меньших временах выдержки (для нашего сплава после 0.5 часа), что может быть обусловлено ускорением процесса распада пересыщенного твердого раствора после пластической деформации.

Таблица 1

Механические свойства АА2519 после термической  
и термомеханической обработок

Режим	Время старения, ч	Твёрдость, HV <sub>0.2</sub>	$\sigma_{0.2}$ , МПа	$\sigma_B$ , МПа	$\delta$ , %	$\sigma_{0.2}/\sigma_B$
T6	12	148,5 ± 2,0	292,3 ± 0,5	408,8 ± 1,7	16,3 ± 1,3	0,715
T840	0,5	177,0 ± 1,2	496 ± 3,0	536 ± 4	9,8 ± 0.2	0,925

Известно, что механические свойства на растяжение коррелируют с изменениями микротвердости сплава. Эти величины представлены в Таблице 1. С увеличением времени старения происходит повышение  $\sigma_{0.2}$  и  $\sigma_B$ , однако наблюдается снижение пластичности. Необходимо отметить что отношение  $\sigma_{0.2}/\sigma_B$  значительно выше после T8, что может свидетельствовать о деформационном упрочнении, а так же более эффективных, в торможении движущихся дислокаций, выделениях вторых фаз [7, 8].

*Морфология и фазовый состав дисперсных частиц.* Типичная микроструктура АА2519 после исследуемой термомеханической обработки представлена на Рисунке 1. По анализу снимков ПЭМ и картин дифракции в оси зоны  $[011]_\alpha$  установлено, что наблюдается выделение мелкодисперсных пластин вдоль плоскостей  $\{001\}_\alpha$  и  $\{111\}_\alpha$ , которые, согласно современным представлениям о последовательности выделения фаз [9], их кристаллографической структуры и морфологии, были идентифицированы как  $\theta'$ - и  $\Omega$ -фазы [4, 8], соответственно. Необходимо отметить, что после обработки типа T6 фазовый представлен преимущественно пластинами  $\theta''$  и небольшим количеством  $\theta'$ , выделяющимися на дислокациях [1, 4].

Качественный и количественный анализ параметров частиц, выполненный на участках фольги, имеющих аналогичный масштаб и близкие значения толщин фольги, свидетельствует о том, что в состояниях T8 с увеличением степени деформации наблюдается уменьшение длины и увеличение толщины пластин  $\Omega$ -фазы. Сравнение обработок T6 и T8 показывает, что промежуточная прокатка увеличивает численную

плотность частиц  $\Omega$ -фазы более чем в 10 раз в зависимости от режимов последующего старения. Доля частиц  $\Omega$ -фазы может достигать почти 50 % от общего количества частиц упрочняющих фаз.

Как вывод можно заключить, что обработки типа Т8, включающие промежуточную пластическую деформацию, является эффективным способом влияния на микроструктуру, фазовый состав, морфологию частиц и, как следствие, на механические свойства сплава АА2519. Пластическая деформация при обработках типа Т8 в процессе старения приводит к повышению плотности дислокаций, инициирует равномерное выделение главных упрочняющих фаз –  $\theta'$  и  $\Omega$ .

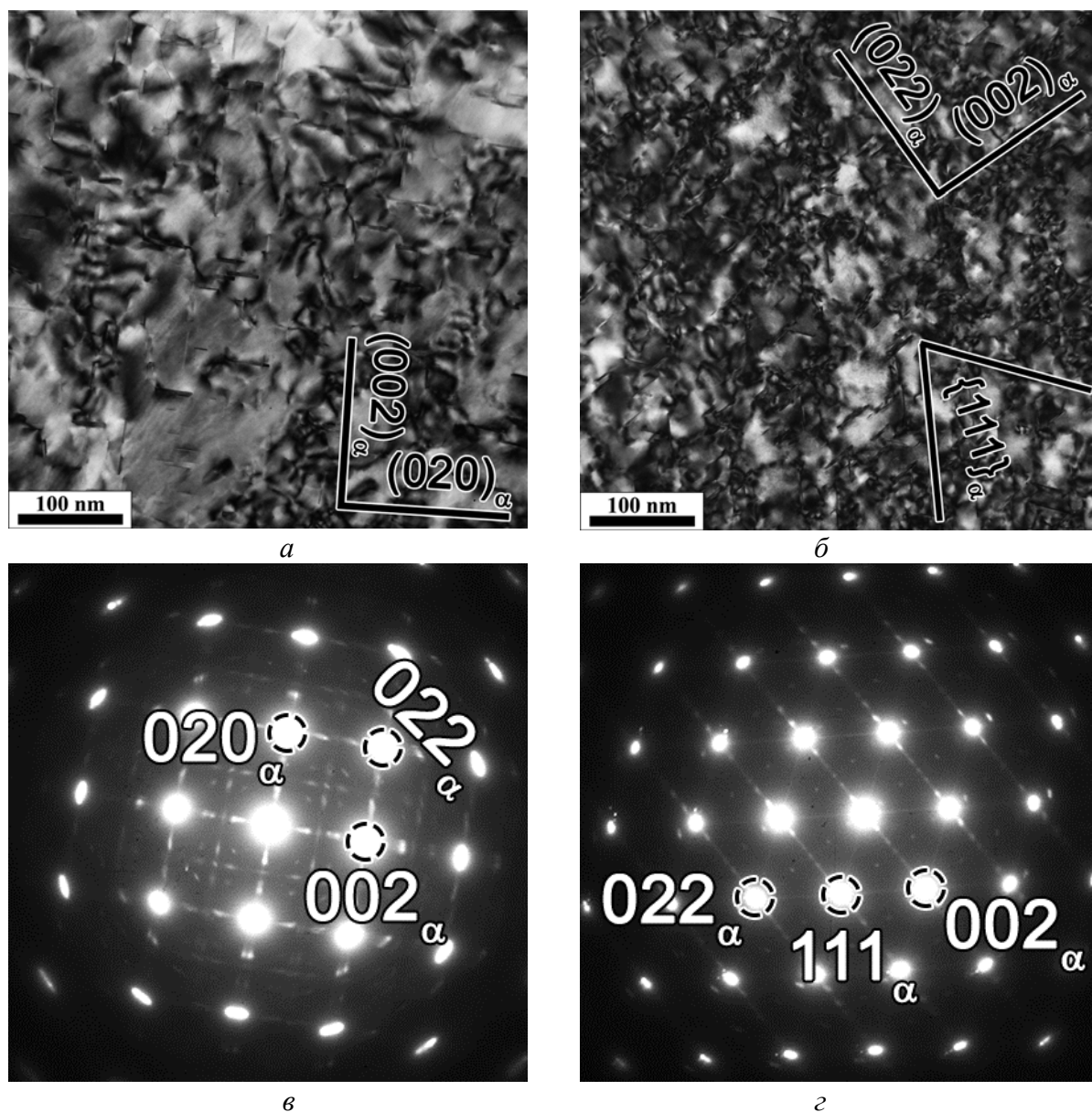


Рис. 1. ПЭМ-снимки (а, б) и электронограммы (в, г) сплава АА2519 после обработки Т840, включающей старение на максимальную прочность. Схемы картин дифракции представлены в работе [8]

*Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки России, Соглашение № 14.584.21.0023 (Уникальный идентификатор проекта RFMEFI58417X0023).*

## ЛИТЕРАТУРА

1. Polmear I. J. Light Alloys. From traditional alloys to nanocrystals / I. J. Polmear. Butterworth-Heinemann, Elsevier, UK. 2006. 421 p.
2. Колачев Б. А. Металловедение и термическая обработка цветных металлов и сплавов. / Б. А. Колачев, В. И. Елагин, В. А. Ливанов. Москва : МИСиС, 2005. 432 с.
3. Фридляндер И. Н. Создание, исследование и применение алюминиевых сплавов / И. Н. Фридляндер. Москва : Наука, 2013. 291 с.
4. Зуйко И. С. Влияние термомеханической обработки на микроструктуру, фазовый состав и механические свойства алюминиевого сплава АА2519 / И. С. Зуйко, М. Р. Газизов, Р. О. Кайбышев // ФММ. 2016. Т. 117. № 9. С. 938–951.
5. Кайбышев Р. О. Влияние термомеханической обработки на микроструктуру и механические свойства термоупрочняемого сплава системы Al–Cu–Mg–Mn / Р. О. Кайбышев, И. С. Зуйко, М. Р. Газизов, // ТЛС. 2015. № 2. С. 63–75.
6. Zuiko I. Deformation structures and strengthening mechanisms in an Al-Cu alloy subjected to extensive cold rolling / I. Zuiko, R. Kaibyshev // MSE A. 2017. V. 702. P. 53–64.
7. Бер Л. Б. О стадиях старения алюминиевых сплавов // ТЛС. 2013. № 4. С. 66–76.
8. Бер Л. Б. Фазовый состав и механические свойства деформируемых алюминиевых сплавов системы Al–Cu–Mg–Ag–Xi / Л. Б. Бер, В. В. Телешов, О. Г. Уколова // МиТОМ. 2008. № 5. С. 70–86.
9. Wang S. C. Precipitates and intermetallic phases in precipitation hardening Al–Cu–Mg–(Li) based alloys / S. C. Wang, M. J. Starink // International Materials Reviews. 2005. V. 50. P. 193–215.

**Е. А. Филяева<sup>1\*</sup>, Я. И. Космацкий<sup>2</sup>, К. Ю. Яковлева<sup>2</sup>**

<sup>1</sup> ООО «Научно-технический центр ТМК», г. Челябинск

<sup>2</sup> ОАО «Российский Научно-исследовательский институт трубной промышленности» (ОАО «РосНИТИ»), г. Челябинск

\* *filyaeva@rosniti.ru*

## ВЛИЯНИЕ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОЙ СХЕМЫ ПРОИЗВОДСТВА ПЕРЕДЕЛЬНЫХ ГОРЯЧЕПРЕССОВАННЫХ ТРУБ НА МЕТАЛЛОГРАФИЧЕСКИЕ ОСОБЕННОСТИ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ХОЛОДНОДЕФОРМИРОВАННЫХ ТРУБ

Работа посвящена оценке влияния технологической схемы производства передельных горячепрессованных труб из титанового псевдо- $\alpha$  сплава Ti–3Al–2.5V [1] на металлографические особенности и механические свойства холоднодеформированных труб готового размера. Оценка влияния проводилась с целью моделирования процесса производства холоднодеформированных труб по технологии, включающей в себя изготовление горячепрессованных передельных труб размерами 90,0 × 20,0 и 90,0 × 23,5 мм и последующую холодную прокатку труб размерами 38,1 × 5,36 мм в условиях ПАО «ТМК».

*Ключевые слова:* псевдо- $\alpha$  сплав, титановый сплав Ti–3Al–2.5V, прессование, холодная деформация, механические свойства, термическая обработка.

***Е. А. Filyaeva, Y. Ig. Kosmatskiy, K. Y. Yakovleva***

## INFLUENCE OF THE TECHNOLOGICAL SCHEME OF PRODUCTION OF EXTRUSION TUBES ON METALLOGRAPHIC FEATURES AND MECHANICAL PROPERTIES OF COLD FORMED TUBES

The work is devoted to the evaluation of the effect of the technological scheme for the production of extrusion tubes from Ti–3Al–2.5V titanium pseudo- $\alpha$  alloy [1] on metallographic features and mechanical properties of cold-formed tubes of finished size. Impact evaluation was carried out to simulate the production process of cold-deformed tubes using a technology including the production of extrusion conduits with dimensions of 90.0 × 20.0 and 90.0 × 23.5 mm and subsequent cold formed of tubes measuring 38.1 × 5.36 mm in conditions of PJSC TMK.

*Keywords:* pseudo- $\alpha$  alloy, titanium alloy Ti–3Al–2.5V, extrusion, cold formed, mechanical properties, heat treatment.

Задачей настоящей работы является оценка влияния способа производства горячепрессованных передельных труб из титанового сплава Ti–3Al–2.5V на качественные характеристики холоднодеформированных труб готового размера (38,1 × 5,36 мм).

В качестве заготовки для холодной прокатки использовались передельные горячепрессованные трубы размерами 90,0 × 20,0 и 90,0 × 23,5 мм. Передельные трубы изготавливались по двум технологическим схемам (рис. 1) [2]: «экспандирование–прессование» и «прямое» прессование.



Рис. 1. Технологическая схема производства горячепрессованных передельных труб

Сравнительный анализ качественных характеристик холоднодеформированных труб в зависимости от схемы производства выполнен по следующим критериям: механические свойства; величина зерна.

Оценка механических свойств холоднодеформированных термически обработанных труб готового размера (38,1 × 5,36 мм) с применением горячепрессованной передельной трубы изготовленной по схеме «экспандирование–прессование» размерами 90 × 20,0 мм представлены в табл. 1.

Анализ полученных результатов показал, что механические свойства термообработанных труб из сплава марки Ti–3Al–2.5V размерами 38,1 × 5,36 мм соответствуют требованиям нормативной документации:

- временное сопротивление составляет более 621 Н/мм<sup>2</sup>;
- предел текучести – более 517 Н/мм<sup>2</sup>;
- относительное удлинение – более 15,0 %.

Соответственно можно сделать вывод, что выбранный режим вакуумной термической обработки сплава Ti–3Al–2.5V в состоянии после холодной прокатки гарантированно обеспечивает требуемую в нормативной документации степень восстановления его пластических свойств.

Оценка механических свойств холоднодеформированных труб готового размера с применением горячепрессованной передельной трубы изготовленной по схеме «прямое» прессование размерами 90 × 23,5 мм представлены в табл. 2.

Анализ полученных результатов показал, что, гарантированно

обеспечиваются требования нормативной документации только для параметров временное сопротивление и относительное удлинение.

Таблица 1

Результаты исследования механических свойств  
холоднодеформированных труб из сплава Ti-3Al-2.5V

Механические свойства			
№ образца	Временное сопротивление $\sigma_B$ , Н/мм <sup>2</sup>	Предел текучести $\sigma_T$ , Н/мм <sup>2</sup>	Относительное удлинение $\delta$ , %
1	691	578	16,7
2	693	586	17,7
3	651	541	18,0
4	681	547	19,3
5	697	561	18,7
6	686	547	18,3

Таблица 2

Результаты исследования механических свойств  
холоднодеформированных труб из сплава Ti-3Al-2.5V

Механические свойства			
№ образца	Временное сопротивление $\sigma_B$ , Н/мм <sup>2</sup>	Предел текучести $\sigma_T$ , Н/мм <sup>2</sup>	Относительное удлинение $\delta$ , %
1	676	507	24,3
2	669	500	24,3
3	671	513	24,7
4	674	515	22,7
5	670	514	24,2
6	672	508	24,0

Наблюдаемые же значения предела текучести не соответствуют требованиям: фактические значения располагаются несколько ниже допускаемого значения. Учитывая, что максимальное отклонение при этом составило не более 4 %, что может быть обусловлено погрешностью измерений испытательной машины, трубы были отнесены к продукции, отвечающей требованиям нормативной документации по механическим свойствам.

Сравнительная оценка механических свойств холоднодеформированных труб готового размера в зависимости от схемы производства представлена на рис. 2.

Следует отметить, что ввиду наличия ряда термических обработок

между проходами холодной деформации, с целью восстановления пластических свойств сплава Ti–3Al–2.5V говорить о влиянии способа изготовления исходной горячепрессованной трубной заготовки на механические свойства конечной продукции возможно только в первом приближении.

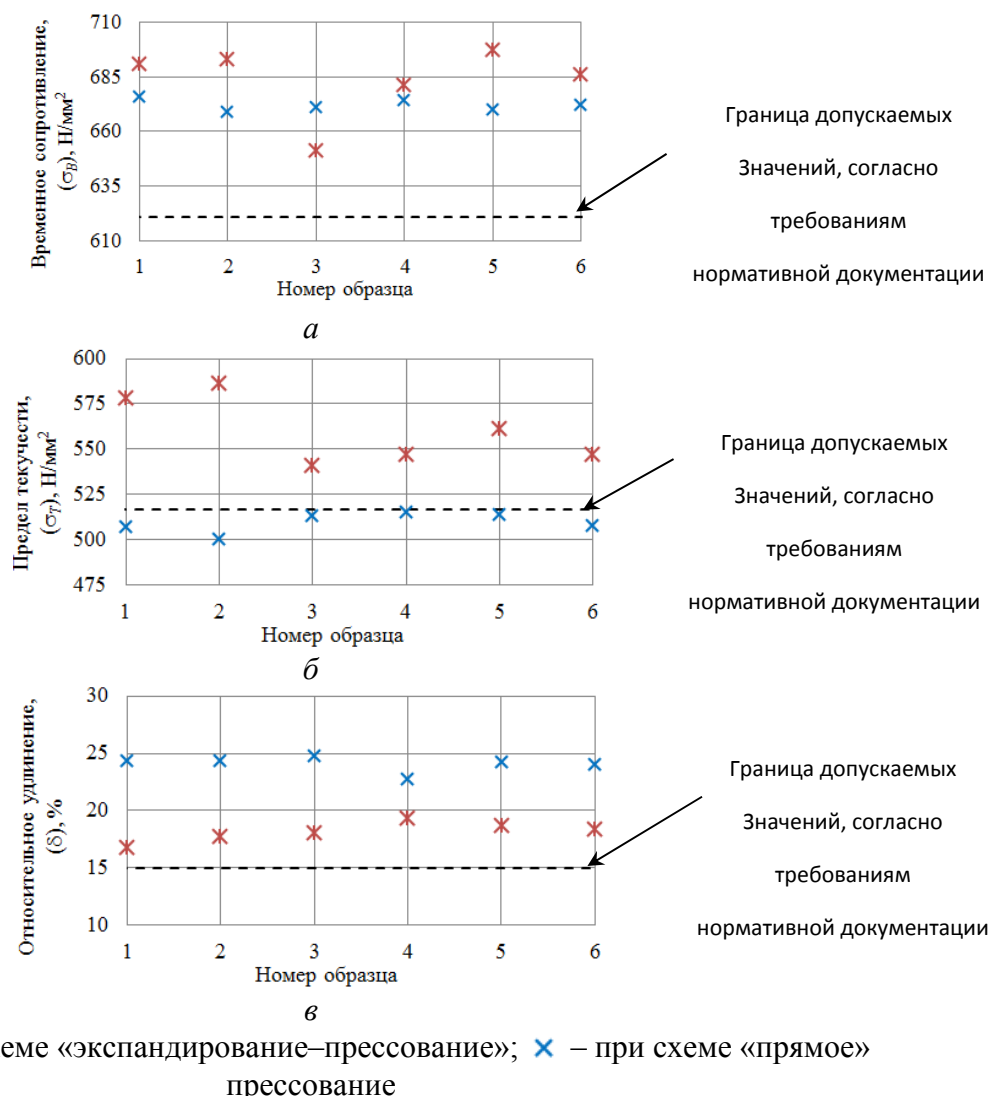


Рис. 2. Фактические значения механических свойств холоднодеформированных труб из сплава марки Ti–3Al–2.5V на всех этапах производства: а – временное сопротивление ( $\sigma_B$ ); б – предел текучести ( $\sigma_T$ ); в – относительное удлинение ( $\delta$ )

Согласно данным рис. 2 требуемые в нормативной документации механические свойства холоднодеформированных труб обеспечиваются независимо от схемы производства. Однако при изготовлении по схеме, включающей «экспандирование–прессование», гарантированно достигаются заданные механические свойства.

Сравнительная оценка металлографических особенностей структуры сплава Ti–3Al–2.5V, характерных для каждого этапа производства по двум анализируемым схемам (представленная на рис. 3), показала отсутствие

значительного качественного влияния – по обеим схемам, требования нормативной документации обеспечиваются.

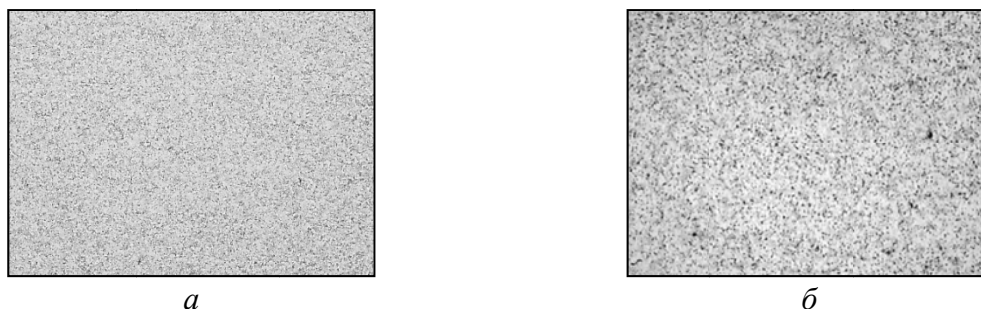


Рис. 3. Микроструктура образцов отобранных от холоднодеформированных термически обработанных труб готового размера,  $\times 100$ : *а* – при схеме «экспандирование–прессование»; *б* – при схеме «прямое» прессование

Анализ микроструктуры образцов, отобранных от холоднодеформированных термически обработанных труб при малых увеличениях, показал, что структура мелкозернистая, размер зерна соответствует баллу между 9-м и 10-м шкалы микроструктур в соответствии с ASTM E 112 [3]. Микроструктура не имеет включений, которые могли бы препятствовать изготовлению труб.

Однако, установлено, что изготовление труб по схеме «экспандирование–прессование» характеризуется:

- получением более мелкозернистой структуры как для горячепрессованных передельных труб, так и для конечной трубной продукции;

- получением структуры с более равномерной проработкой на этапе изготовления горячепрессованных передельных труб и как результат – холоднодеформированных труб готового размера.

Таким образом, установлено, что особенности структуры сплава Ti–3Al–2.5V согласуются с результатами анализа механических свойств и объясняют их большую равномерность для схемы, включающей способ «экспандирование–прессование».

## ЛИТЕРАТУРА

1. Boyer R. Titanium Alloys / R. Boyer, G. Welsch, E. W. Collings. ASM International. The Material Information Society. 1994. 1176 p.
2. Пышминцев И. Ю. Освоение технологии производства труб TREX из сплава Ti–3Al–2.5V / И. Ю. Пышминцев, Я. И. Космацкий, Е. А. Филяева [и др.] // Труды XXII международной научно-технической конференции Трубы-2016 «Трубная промышленность России. Вектор инноваций»: сб. науч. трудов. Челябинск: РосНИТИ, 2016. В 2 ч. Ч. 2. С. 238–242.
3. ASTM E 112-13 Standard Test Methods for Determining Average Grain Size / ASTM International, West Conshohocken, PA, 2013.



**А. Э. Халилов, А. Ф. Гибадуллина, С. В. Беликов**

Уральский федеральный университет им. первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

\**a.y.zhilyakov@urfu.ru*,

Научный руководитель – канд. техн. наук А. Ю. Жиликов\*

## ИССЛЕДОВАНИЕ ВЫДЕЛЕНИЯ ВТОРЫХ ФАЗ В СПЛАВАХ С4 И ХН65МВУ

Методами растровой электронной микроскопии и микрорентгеноспектрального анализа исследовано выделение вторых фаз в сплавах С4 и ХН65МВУ. На основе металлографических данных построены участки диаграмм выделения вторых фаз в этих сплавах.

*Ключевые слова:* никель-хром-молибденовые сплавы, выделение вторых фаз, электронная микроскопия, межкристаллитная коррозия, диаграммы «время–температура–выделение».

**A. E. Khalilov, A. F. Gibadullina, S. V. Belikov**

## INVESTIGATION OF SECOND PHASE PRECIPITATION IN C4 AND KH65MVU ALLOYS

Using the methods of scanning electron microscopy and micro-X-ray spectral analysis, the second phase precipitation in C4 and KH65MVU alloys has been studied. On the basis of metallographic data, sections of the diagrams «time-temperature-precipitation» in these alloys were developed.

*Keywords:* nickel-chromium-molybdenum alloys, second phase precipitation, electron microscopy, intergranular corrosion, diagrams «time–temperature–precipitation».

Коррозионностойкие никель-хром-молибденовые сплавы нашли широкое применение в химической промышленности и энергетике. Традиционно их используют в состоянии однофазного ГЦК-твердого раствора на никелевой основе. Соответствующей термической обработкой для его получения является закалка. Полученное состояние является метастабильным и любое температурное воздействие может приводить к структурным изменениям в сплаве. В отсутствие большого количества точечных и линейных дефектов выделение вторых фаз будет происходить по границам зерен, что при взаимодействии с коррозионной средой приводит к развитию опасной межкристаллитной коррозии (МКК). Для того, чтобы минимизировать риск возникновения МКК, необходимо правильно выбирать температуру нагрева под закалку, чтобы она находилась в однофазной области фазовой диаграммы с одной стороны, и

избегать попадания в температурный интервал образования вторых фаз при эксплуатации – с другой. Поэтому, изучение процессов выделения вторых фаз в этих сплавах, построение соответствующих диаграмм: «время-температура-выделение» является актуальной задачей металловедения.

В работе методами растровой электронной микроскопии и микрорентгеноспектрального анализа исследовано выделение вторых фаз в сплавах С4 и ХН65МВУ.

Химический состав сплава С4: 14,5–17,5 % Cr, 14–17 % Mo, < 3 % Fe, < 0,05 % Si, < 1 % Mn, < 0,009 % C, < 2,0 % Co, < 0,01 % S, < 0,07 % Ti, 60–65 % Ni.

Химический состав сплава ХН65МВУ: 60,3–67,5 % Ni, 14,5–16,5 % Cr, 15–17 % Mo, 3–4,5 % W, < 0,5 % Fe, < 0,1 % Si, < 1 % Mn, < 0,02 % C, < 0,012 % S.

Термическая обработка образцов была проведена по схеме, представленной на рис. 1.

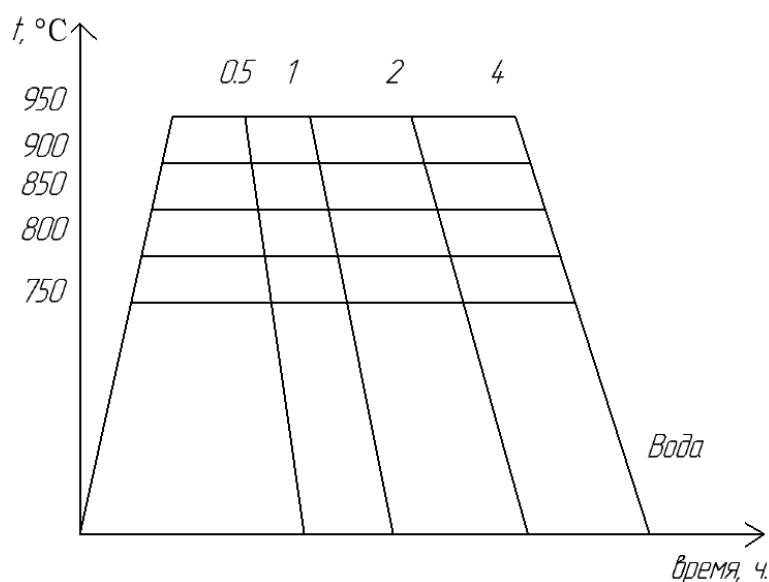


Рис. 1. Схема термической обработки для образцов из сплава С4 и ХН65МВУ

Исходная структура обоих сплавов представляла собой твердый раствор на основе никеля с незначительным содержанием неметаллических включений. После отжигов по различным режимам в обоих сплавах по границам зерен произошло выделение вторых фаз (рис. 2). Химический состав образовавшихся выделений приведен в табл. 1. В сплаве С4 частицы обогащены молибденом, в сплаве ХН65МВУ – молибденом и вольфрамом.

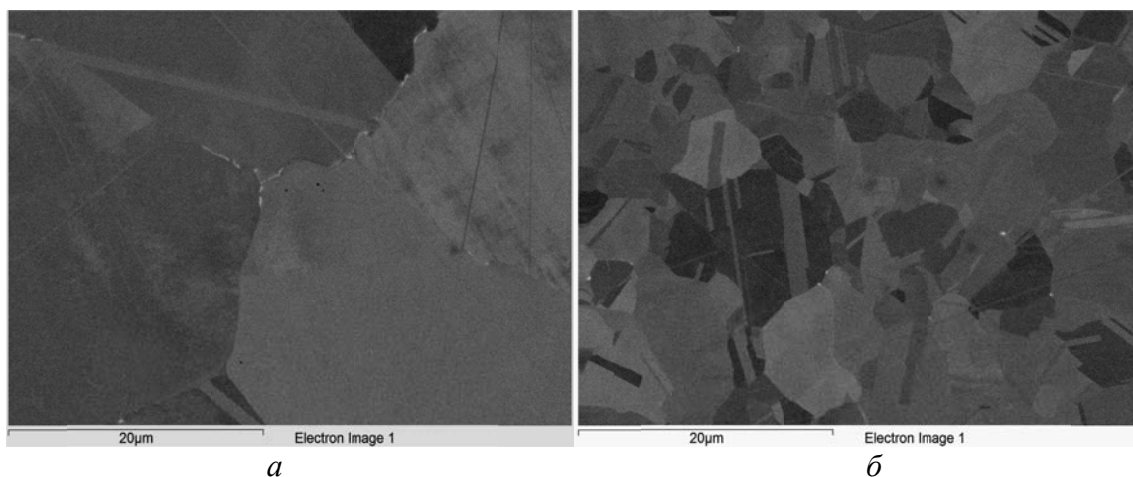


Рис. 2. Структура сплавов при выдержке в течение 4 часов при 750 °С:  
*a* – С4, *б* – ХН65МВУ

Таблица 1

Химический состав фаз, выделившихся в сплавах

Элемент	Si	Ti	Cr	Fe	Ni	Mo	W
Режим термообработки							
Сплав С4							
950 °С, 4 часа	0.2	0.1	13.6	0.2	35.3	50.6	–
Сплав ХН65МВУ							
900 °С, 2 часа	–	–	14.0	0	39.7	38.0	8.3

На основании металлографического анализа был построен участок С-образной диаграммы выделения избыточных фаз в сплаве С4 и ХН65МВУ (рис. 3). При построении диаграммы были нанесены все экспериментальные точки. Там, где металлографическим методом были зафиксированы выделения вторых фаз экспериментальные точки выделены черным цветом.

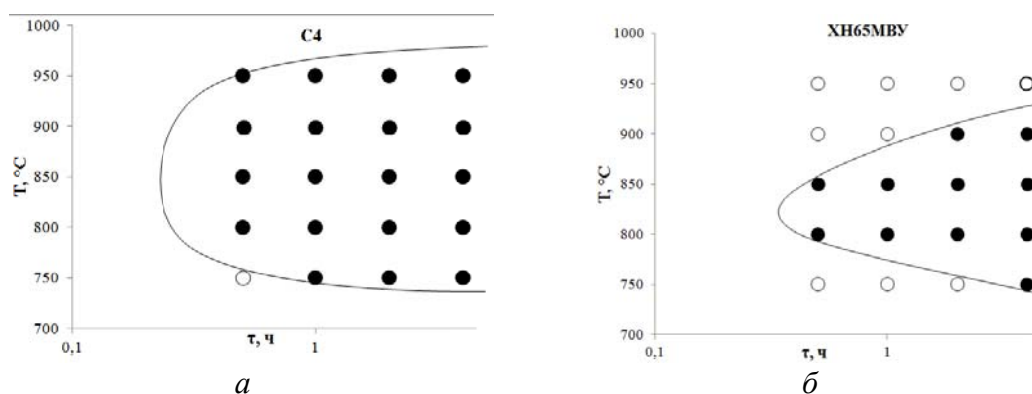


Рис 3. Диаграмма выделения вторых фаз в сплавах: *a* – С4, *б* – ХН65МВУ

Таким образом, металлографическим методом зафиксировано выделение избыточных фаз в сплаве С4 при любых режимах ТО, кроме выдержки 30 минут при температуре 750 °С. Минимальная устойчивость твердого раствора при 800...950 °С составила 0,5 ч. В сплаве ХН65МВУ этим методом минимальная устойчивость зафиксирована в интервале 800...850 °С через полчаса выдержки. Температурный интервал выделения вторых фаз уже, чем для сплава С4 – 750...900 °С.

*Работа выполнена при поддержке гранта Президента Российской Федерации № МК-1032.2017.8.*

**И. В. Иликбаев, Д. А. Шведов, А. Ю. Жиликов\*, С. В. Беликов**

Уральский федеральный университет им. первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

\**a.y.zhilyakov@urfu.ru*

## АНОМАЛИИ ФИЗИЧЕСКИХ СВОЙСТВ КОРРОЗИОННО-СТОЙКИХ СПЛАВОВ СИСТЕМЫ Ni–Cr–Mo

Методами резистометрии, дилатометрии, дифференциального термического анализа, лазерной вспышки и динамического механического анализа исследовано изменение свойств сплавов в интервале температур от комнатной до 1000 °С. Изменения относительного удлинения сплавов, температуропроводности, удельного электрического сопротивления, модуля упругости и теплоемкости при нагреве имеют аномалии в интервале 200...730 °С.

*Ключевые слова:* резистометрия, дилатометрия, дифференциальный термический анализ, лазерная вспышка, динамический механический анализ, никель-хром-молибденовые сплавы.

***I. V. Ilikbaev, D. A. Shvedov, A. Yu. Zhilyakov, S. V. Belikov***

## ANOMALIES OF PHYSICAL PROPERTIES OF CORROSION-RESISTANT ALLOYS OF THE Ni–Cr–Mo SYSTEM

Resistometry, dilatometry, differential thermal analysis, laser flash and dynamic mechanical analysis have been used to study the change in the properties of alloys in the temperature range from room temperature to 1000 °C. Changes in the relative elongation of alloys, thermal diffusivity, resistivity, elastic modulus and heat capacity during heating have anomalies in the range 200...730 °C.

*Keywords:* resistometry, dilatometry, differential thermal analysis, laser flash, dynamic mechanical analysis, nickel-chromium-molybdenum alloys.

Никель-хром-молибденовые коррозионностойкие сплавы применяются в различных агрессивных средах при повышенных температурах (выше 150 °С). Развитию процессов межкристаллитной коррозии, которая считается одной из наиболее опасных для конструкции, а также факторам, влияющим на них, посвящено множество исследований. Менее изученным остается вопрос стойкости никелевого твердого раствора в целом. Известно, что в интервале температур 200...700 °С в никель-хром-молибденовых сплавах наблюдаются эффекты ближнего и дальнего порядка. Эти явления сказываются на физических свойствах материала и в частности на потенциалах коррозии. Разрушение порядка

обычно является следствием ослабления химического взаимодействия между атомами, т. е. ослабление межатомных сил. Следовательно, процессы электрохимической коррозии будут протекать интенсивнее. Определить температуры, при которых кардинально изменяется поведение сплава можно по изменению физических свойств, которые являются чувствительными к тонким эффектам перехода «порядок-беспорядок».

Материалом исследований послужили коррозионностойкие сплавы С4 и ХН63МБ, химический состав сплавов приведен в табл. 1.

Таблица 1

Химический состав исследованных сплавов, масс. %

Сплав	Химический состав исследованных сплавов									
	С	Mn	Cr	Mo	Fe	P	Ti	Co	Si	S
	Не более				Не более					
С4	0,009	1,0	14,5...17,5	14,0...17,0	3,0	0,020	0,7	2,0	0,05	0,010
ХН63МБ	0.02	1.0	20.0	16.0	0.5	0.015	0	0	0	0.012

*Прим.:* основа – Ni; состав сплава, масс. %.

Исходная структура обоих сплавов представляла собой твердый раствор на основе никеля с незначительным содержанием неметаллических включений.

Методами резистометрии, дилатометрии, дифференциального термического анализа, лазерной вспышки и динамического механического анализа исследовано изменение свойств сплавов в интервале температур от комнатной до 1000 °С. Изменение относительного удлинения сплавов, температуропроводности, удельного электрического сопротивления, модуля упругости и теплоемкости при нагреве имеют аномалии в интервале 200...730 °С (рис. 1). Для всех свойств, кроме модуля упругости, общими являются аномалии в области температур 600...650 °С. По всей видимости в этом интервале в твердом растворе происходит переход «порядок-беспорядок», следовательно, выше 650 °С сплавы будут значительно менее стойкими в коррозионной среде, чем ниже этой температуры. Интересен небольшой прирост в значениях модуля упругости в интервале температур 200...300 °С. Возможно этот эффект связан с возникновением ближнего порядка в сплавах и соответствующим усилением межатомного взаимодействия. Другие свойства оказались менее чувствительными к этому явлению за исключением удельной теплоемкости, где на кривой виден небольшой тепловой эффект.

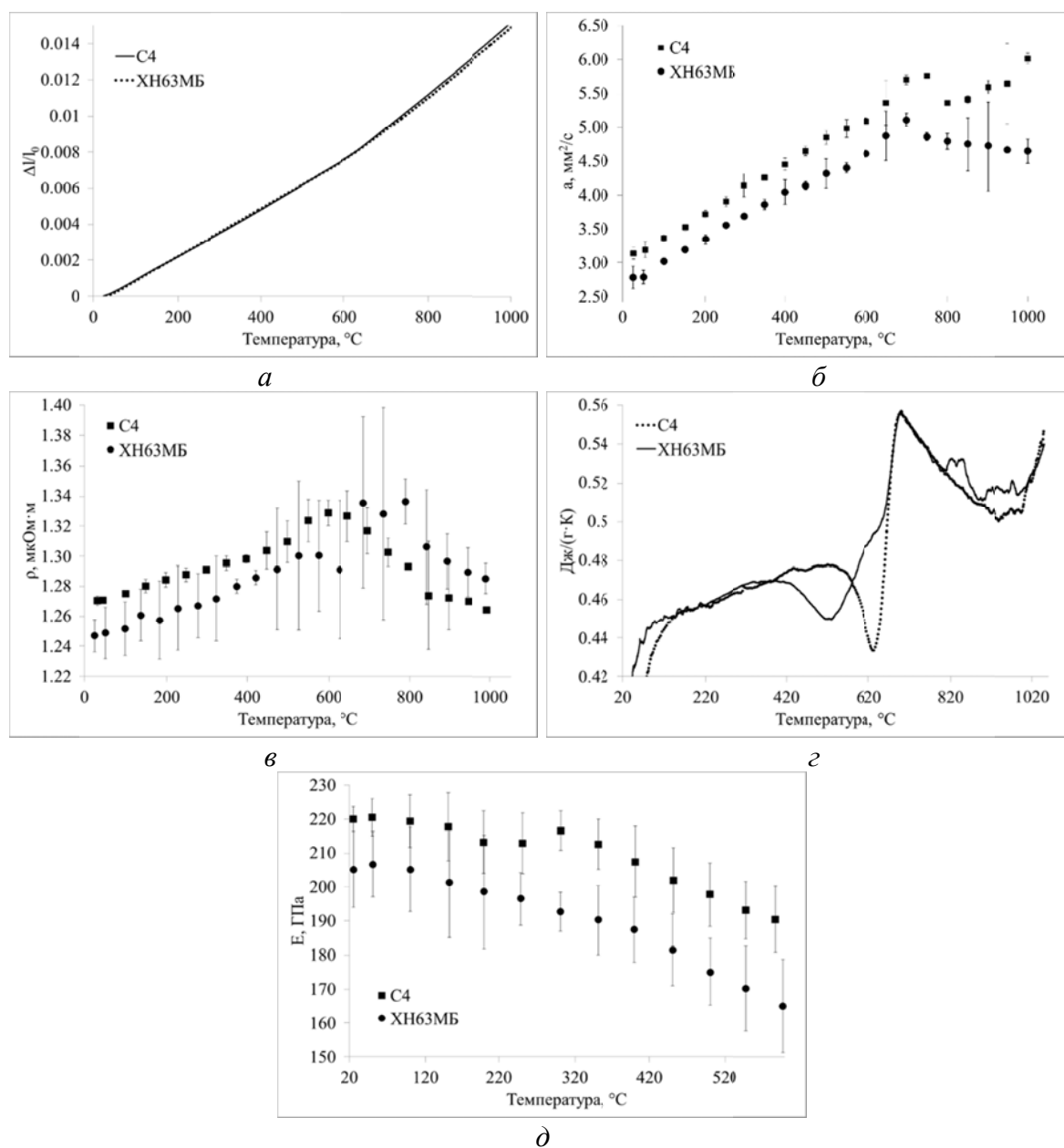


Рис. 1. Физические свойства сплавов С4 и ХН63МБ при нагреве: *а* – относительное удлинение, *б* – температуропроводность, *в* – удельное электросопротивление, *г* – удельная теплоемкость, *е* – модуль упругости

Таким образом, на основании изучения физических свойств коррозионно-стойких никель-хром-молибденовых сплавов при нагревании можно регламентировать максимальную температура их эксплуатации.

*Работа выполнена при поддержке гранта Президента Российской Федерации № МК-1032.2017.8.*

**Э. Г. Аргинбаева\*, Р. М. Назаркин, А. В. Шестаков, Ф. Н. Карачевцев**

ФГУП ГНЦ «Всероссийский институт авиационных материалов», г. Москва

\* *Elargin@mail.ru*

## СТРУКТУРНО-ФАЗОВОЕ СОСТОЯНИЕ ЖАРОПРОЧНЫХ ЛИТЕЙНЫХ ИНТЕРМЕТАЛЛИДНЫХ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ НИКЕЛЯ В ЗАВИСИМОСТИ ОТ РЕЖИМОВ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ

Доклад отражает экспериментальные исследования режимов термической обработки (ТО) монокристаллических заготовок с кристаллографической ориентацией (КГО) [111] литейных ренийсодержащих интерметаллидных никелевых сплавов нового поколения серии ВИН после термической обработки (ТО). Показано, что обработка при температурах  $T_{пр}^{+30^{\circ}\text{C}}_{-20^{\circ}\text{C}}$  повлияла на структурно-фазовое состояние и работоспособность исследуемых сплавов.

*Ключевые слова:* интерметаллид, термическая обработка, жаропрочность, структура, кристаллическая решетка, период кристаллической решетки, мисфит  $\gamma/\gamma'$ .

***E. G. Arginbaeva, R. M. Nazarkin, A. V. Shestakov, F. N. Karachevtsev***

## STRUCTURAL PHASE STATE OF HEAT-RESISTANT CAST INTERMETALLID NICKEL-BASED ALLOYS DEPENDING ON THE THERMAL TREATMENT MODES

The report reflects the experimental investigations of the thermal treatment regimes of single-crystal bars with crystallographic orientation (CGO) [111] foundry rhenium-containing intermetallic nickel alloys of the new generation of VIN series after heat treatment. It has been established that the treatment at temperatures close to  $T_{solv}^{+30^{\circ}\text{C}}_{-20^{\circ}\text{C}}$  affected the structural-phase state and the operability of the alloys under study.

*Keywords:* intermetallic, heat treatment, heat resistance, structure, crystal lattice, crystal lattice period, misfit  $\gamma/\gamma'$ .

Лопатки, наиболее ответственный детали авиационных газотурбинных двигателей, как правило, изготавливают из жаропрочных никелевых сплавов: рабочие из сплавов серии ЖС и ВЖМ, сопловые – из интерметаллидных никелевых сплавов серии ВКНА и ВИН.

Достижение характеристик жаропрочных сплавов возможно



посредством легирования, а также варьируя технологические параметры его направленной кристаллизации и термической обработки. В последнее время, как и для жаропрочных никелевых сплавов, исследования воздействия внешних факторов на макро- и микроструктуру дополняется исследованиями «тонкой структуры» – структурно-фазового состояния.

В представленном докладе авторы демонстрируют исследования режимов термической обработки на ренийсодержащие сплавы марок ВИН1 и ВИН4 [1-3].

Поскольку температура солвус обоих сплавов находится в одном диапазоне значений (ВИН1 – 1260 °С, ВИН4 – 1270 °С), исследования проводили после одних режимов ТО. Основываясь на ранее проведенных при разработке сплава ВИН4 исследованиях, была подобран первый режим. Монокристаллы [111] интерметаллидных ренийсодержащих сплавов ВИН1 и ВИН4 прошли пятичасовой отжиг при температурах:

- $(T_{пр} - (10 \div 20))^\circ\text{C}$  – режим ТО № 1;
- $(T_{пр} + (0 \div 10))^\circ\text{C}$  – режим ТО № 2;
- $(T_{пр} + (20 \div 30))^\circ\text{C}$  – режим ТО № 3.

Рентгеноструктурный анализ показал, что с ростом температуры отжига растет и параметр кристаллической решетки  $\gamma$ -фазы ( $a_\gamma$ ), значения параметра кристаллической решетки ( $a_\gamma$ )  $\gamma'$ -фазы, мисфита  $\gamma/\gamma'$  с 0,50 до 0,69 %, как следствие – увеличилось время до разрушения с 156 ч до 256 ч при испытаниях на длительную прочность при 1100 °С.

Микроструктурные исследования образцов сплава ВИН1 после испытаний показали, что после ТО по всем проведенным режимам в прослойках  $\gamma$ -фазы произошел типичный для жаропрочных никелевых сплавов распад  $\gamma$ -фазы и выделение вторичной  $\gamma'$ -фазы, повышающей жаропрочность. Состав сплава остался двухфазным (рис. 1).

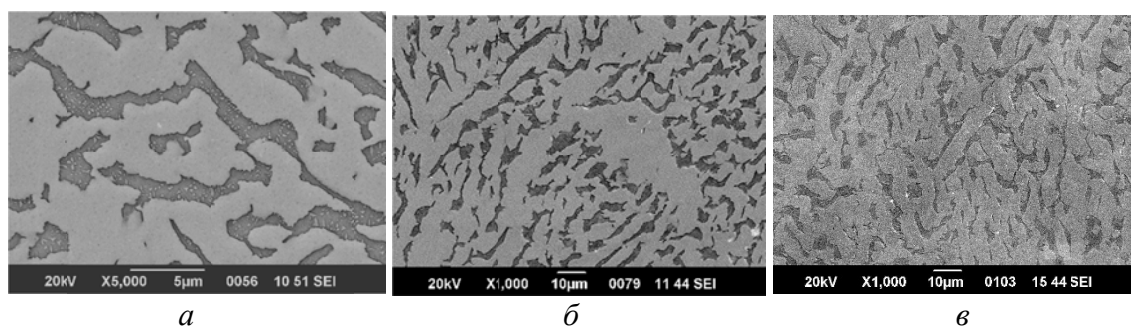


Рис. 1. Микроструктура рабочих частей образцов сплава ВИН1 после ТО и испытаний на длительную прочность ( $\tau^{1100}_{\sigma=100 \text{ МПа}}$ ): а – по режиму № 1, б – по режиму № 2, в – по режиму № 3

Рентгеноструктурный анализ образцов после испытаний показал, что структурно-фазовые параметры образцов как в рабочей части, так и в головке образца остался на уровне значений для сплава после термической обработки (0,67–0,69). Что подтверждает стабильность

структуры сплава и верность подобранного режима ТО.

Надо сказать, что исследования влияния ТО на структурно-фазовые параметры сплава ВИН4 мы дополнили режимом, исследованным ранее в работе: закалка с ( $T_{пр} - (10 \div 20)$ ) °С после выдержки в течение 5 ч; старение при 850 °С в течение 5 ч [5]. Отжиг по режимам № 1, 2 и 3 также подтвердил общую тенденцию роста мисфита  $\gamma/\gamma'$  и долговечности никелевых сплавов: мисфит увеличился с 0,31 до 0,61 %. При этом результаты испытаний на жаропрочность не имеют общей тенденции (рис. 2). На микроструктурных исследованиях сплава после ТО по режимам № 1–3 останавливаться не будем, т. к. значительных структурных изменений не произошло.

Структура сплава после ТО № 4 – напротив. Обнаружены тугоплавкие фазы с повышенным содержанием молибдена, хрома, рения. Ввиду ускоренного охлаждения, наиболее ярко они проявились после обработки по режиму № 4 (рис. 2).

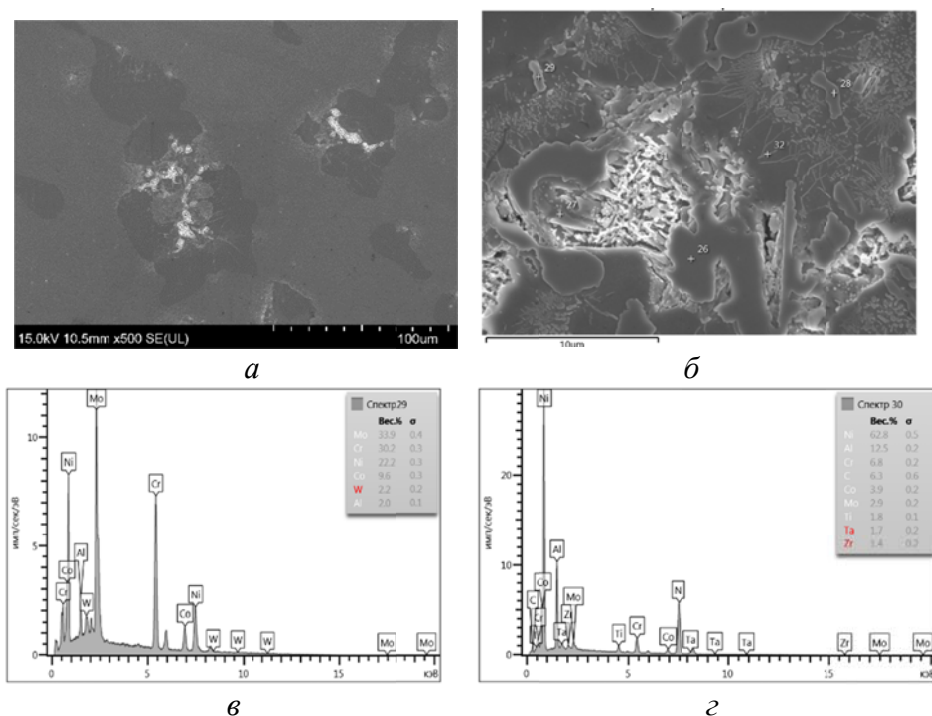


Рис. 2. Микроструктура межфазных областей и локальный химический анализ спектров образца сплава ВИН4 после термической обработки по режиму № 4

Согласно результатам исследований, спектры 26, 28 и 29 –  $\gamma_k$ -фаза с повышенным содержанием молибдена и хрома; 27, 30 и 31 – фаза типа  $\beta$  (легированный NiAl).

Микроструктура образца после ТО и испытаний приведена на рис. 4 и 5. Область спектра 54 –  $\gamma'$ -фаза в межосном пространстве, 55 – ось дендрита, которую пересекают пластины фазы, обогащенной тугоплавкими элементами Re, Mo и W (спектр 50).

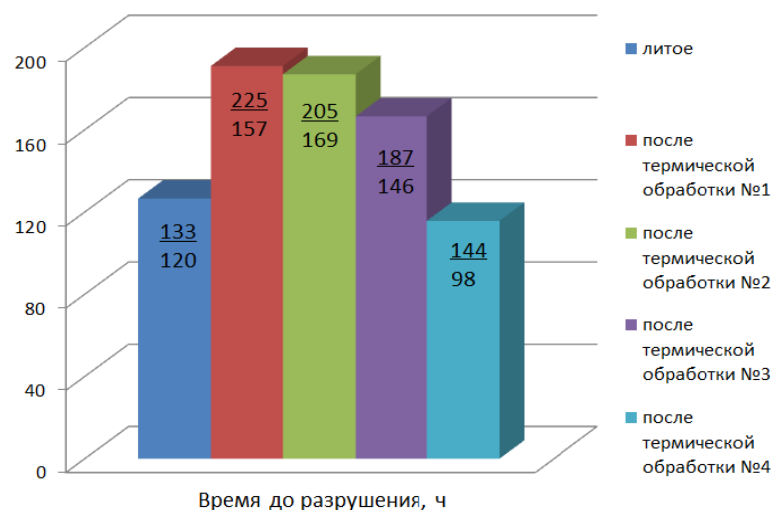


Рис. 3. Результаты испытаний интерметаллидного сплава ВИН4 на длительную прочность при температуре 1100 °С и нагрузке 100 МПа

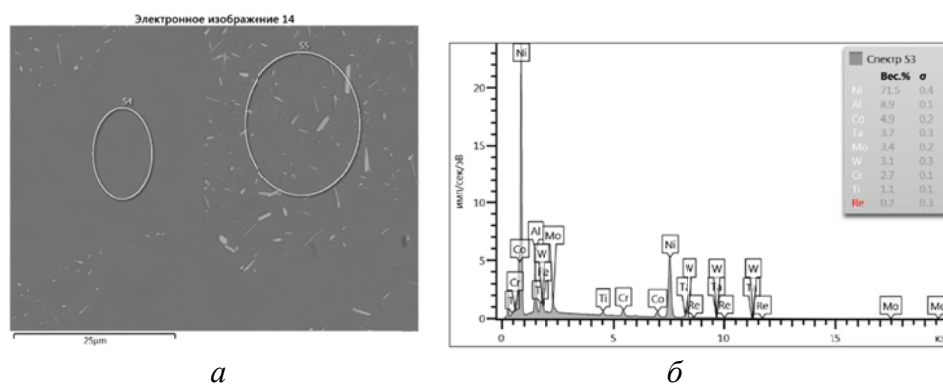


Рис. 4. Локальный химический анализ образца сплава ВИН4 после ТО по режиму № 3 и испытаний на длительную прочность ( $\tau_{\sigma=100 \text{ МПа}}^{1100} = 187 \text{ ч}$ )

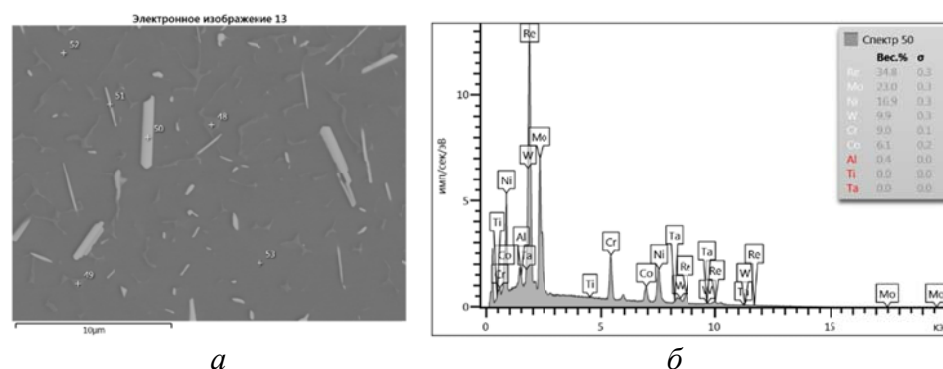


Рис. 5. Локальный химический анализ образца сплава ВИН4 после ТО по режиму № 3 и испытаний на длительную прочность ( $\tau_{\sigma=100 \text{ МПа}}^{1100} = 187 \text{ ч}$ ) в межзосном пространстве

Подводя итоги: найден режим ТО, обеспечивающий стабильно высокие значения жаропрочности интерметаллидного сплава ВИН1. Что касается сплава ВИН4 – сопоставление проведенных исследований дает основания говорить о том, что легированный рением и танталом интерметаллидный сплав ВИН4 более чувствителен к температурно-временным параметрам термической обработки, а также скорости

охлаждения. Так, закалка с температуры ( $T_{пр} \pm 20$  °С), привела к перераспределению элементов и образованию неравномерно распределенных фаз типа  $\gamma_k$  в нескольких модификациях, обедняя твердый раствор  $\gamma$ -фазы. Отжиг в интервале ( $T_{пр} \pm 20$  °С) в течение 5 ч позволил повысить мисфит  $\gamma/\gamma'$  и время до разрушения при испытаниях на длительную прочность при 1100 °С, обеспечив незначительный разброс в результатах.

Таким образом, поставлены вопросы к дальнейшим поискам параметров термической обработки интерметаллидных сплавов, содержащих тяжелые тугоплавкие элементы, положительно влияющего на структурно-фазовый состав и свойства.

*Работа выполнена при поддержке гранта РФФИ № 16-38-00260 «Исследование закономерностей формирования структурно-фазового состояния жаропрочных литейных интерметаллидных сплавов на основе никеля после различных режимов термической обработки».*

*Авторы выражают глубокую благодарность соавтору сплавов ВИН1 и ВИН4 О. А. Базылевой, канд. техн. наук, зам. начальника по науке лаборатории «Жаропрочные сплавы на основе никеля» ФГУП «ВИАМ».*

## ЛИТЕРАТУРА

1. Базылева О. А. Высокотемпературные интерметаллидные сплавы для деталей ГТД / О. А. Базылева, Э. Г. Аргинбаева, Е. Ю. Туренко // Авиационные материалы и технологии. 2013. № 3. С. 26–31.
2. Каблов Е. Н. Новый монокристаллический интерметаллидный жаропрочный сплав на основе  $\gamma'$ -фазы для лопаток ГТД / Е. Н. Каблов, О. Г. Оспенникова, Н. В. Петрушин // Авиационные материалы и технологии. 2015. № 1 (34). С. 34–40.
3. Базылева О. А. Структурные параметры и механические свойства интерметаллидного сплава на основе никеля, полученного методом направленной кристаллизации / О. А. Базылева, Э. Г. Аргинбаева, А. В. Шестаков // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2015. № 12. С. 1.
4. Морозова Г. И. Компенсация дисбаланса легирования жаропрочных никелевых сплавов / Г. И. Морозова // МиТОМ. 2012. № 12. С. 52–58.
5. Аргинбаева Э. Г. Влияние легирования, технологий литья и термической обработки на структуру и свойства интерметаллидных сплавов на основе никеля: автореф. дис. ... канд. техн. наук. / Э. Г. Аргинбаева. Москва : ВИАМ, 2014. 26 с.

***Р. Ю. Барков\*, Е. Ткачук, А. В. Поздняков***

Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва

*\*barkov@misis.ru*

## МИКРОСТРУКТУРА И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НОВОГО СПЛАВА Al–Mg–Mn–Zr–Sc–Er

Исследованы микроструктура и механические свойства нового сплава Al–Mg–Mn–Zr–Sc–Er с пониженной концентрацией Sc. При добавлении Er с помощью сканирующей электронной микроскопии и рентгеновского анализа было обнаружено образование фаз  $Al_3Er$  и (Al, Mg, Er), а также значительное модифицирование зерна. Эффект повышения твердости в 30 HV был получен после отжига при 370 °C в течение 4–10 часов. Максимальный уровень механических свойств был получен после прокатки с высокой долей холодной деформации.

*Ключевые слова:* металлы и сплавы, микроструктура, рентгеновские методы, механические свойства.

***R. Yu. Barkov, E. Tkachuk, A. V. Pozdniakov***

## MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF NOVEL AL–MG–MN–ZR–SC–ER ALLOY

Microstructure and mechanical properties of novel Al–Mg–Mn–Zr–Sc–Er alloy with low Sc concentration were investigated. Significantly grain refinements, formation of  $Al_3Er$  and ternary (Al, Mg, Er) phases was found by scanning electron microscopy and X-ray analyze with Er addition. High hardening effect in 30 HV was obtained after annealing at 370 °C for 4–10 h. Maximum level of mechanical properties was found after rolling with high part of cold deformation.

*Keywords:* metals and alloys, microstructure, x-ray techniques, mechanical properties.

Из редкоземельных элементов скандий и цирконий обычно используются для улучшения механических свойств алюминиевых сплавов. Эффект упрочнения достигается путем образования наноразмерных дисперсоидов  $Al_3(Zr, Sc)$  [1, 2]. В большинстве случаев Sc и Zr используются в качестве легирующих элементов в сплавах Al–Mg и повышают механические свойства за счет нерекристаллизованной структуры деформированного материала [1, 2]. Однако скандий является

самым дорогим легирующим элементом в алюминиевых сплавах. В последние годы Er приобретает интерес как легирующий элемент в алюминиевых сплавах [3, 4]. В [5] было показано, что Er увеличивает термическую стабильность дисперсоидов  $\text{Al}_3(\text{Sc}, \text{Zr})$  после отжига при 370 °С. Другим способом улучшения механических свойств деформируемых алюминиевых сплавов является технология оптимизации деформации. Прочность может быть увеличена интенсивной пластической деформацией (ИПД) [6, 7]. Как было показано в [8, 9], прочность может быть значительно улучшена путем прокатки с большей долей холодной деформации.

Объектами исследования служили сплавы  $\text{Al-5,7Mg-0,4Mn-0,25Sc-0,1Zr}$  и  $\text{Al-5,7Mg-0,4Mn-0,12Sc-0,1Zr-0,38Er}$ , полученные в печи сопротивления с применением чистых Al (99,99), Mg (99,90) и лигатур Al-10Mn, Al-3,5Zr, Al-2,5Sc и Al-1,8Er. Прокатку слитков проводили на лабораторном стане по двум технологиям. Технологии 1 – горячая прокатка при 360 °С от 20 до 4 мм и прокатка при комнатной температуре до 2 мм. Технология 2 – горячая прокатка при 360 °С от 28 до 14 мм и прокатка при комнатной температуре до 2 мм с одним промежуточным отжигом при 200 °С в течение часа. Микроструктуру и фазовый состав исследовали с помощью светового микроскопа Neophot-30, сканирующего электронного микроскопа *TESCAN VEGA 3LMH* и рентгеновского дифрактометра *Bruker D8 Advance*. Термическую обработку слитков и листов проводили в печи *Nabertherm*. Твердость измеряли с использованием оборудования для твердости по Виккерсу с нагрузкой 5 кг. Испытания на растяжение проводились с использованием испытательной машины *Zwick / Roell Z250 Allround*.

На рис. 1 показана структура зерен сплавов  $\text{Al-5,7Mg-0,4Mn-0,25Sc-0,1Zr}$  и  $\text{Al-5,7Mg-0,4Mn-0,12Sc-0,1Zr-0,38Er}$ . При снижении концентрации Sc, Er значительно улучшает структуру зерна  $\text{Al-5,7Mg-0,4Mn-0,25Sc-0,1Zr}$  с 290 до 90 мкм.

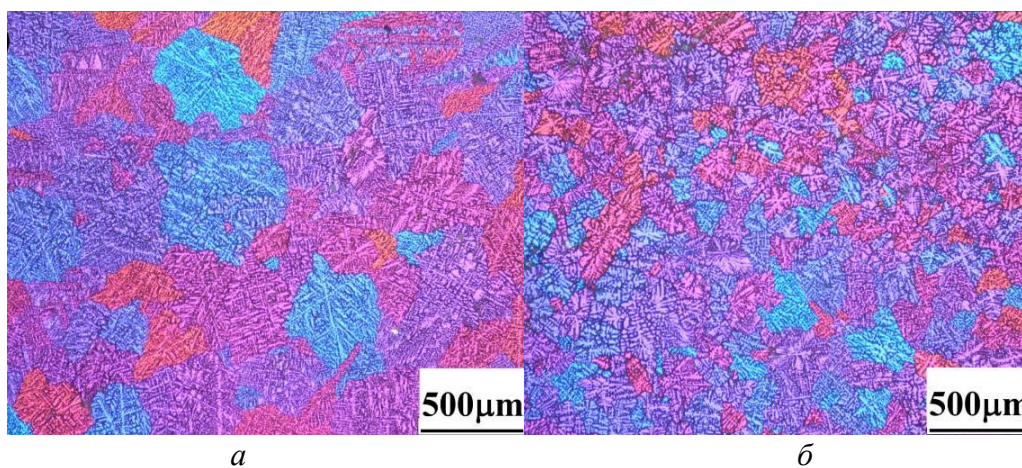


Рис. 1. Микроструктура сплавов  $\text{Al-5,7Mg-0,4Mn-0,25Sc-0,1Zr}$  (а) и  $\text{Al-5,7Mg-0,4Mn-0,12Sc-0,1Zr-0,38Er}$  (б)



На рис. 2 представлены микроструктура Al–5.7Mg–0.4Mn–0.12Sc–0.1Zr–0.38Er в литом состоянии, рентгеновская дифрактограмма и распределение химических элементов. Al, Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub>, Al<sub>3</sub>Er-фазы были идентифицированы с помощью РФА. Примерно семь пиков не могут быть идентифицированы с помощью рентгеновской базы данных, которые были отмечены «?» (рис. 2, а). Анализ распределение химических элементов показал, что светлые фазы на микроструктуре состоят из Al, Er и Mg.

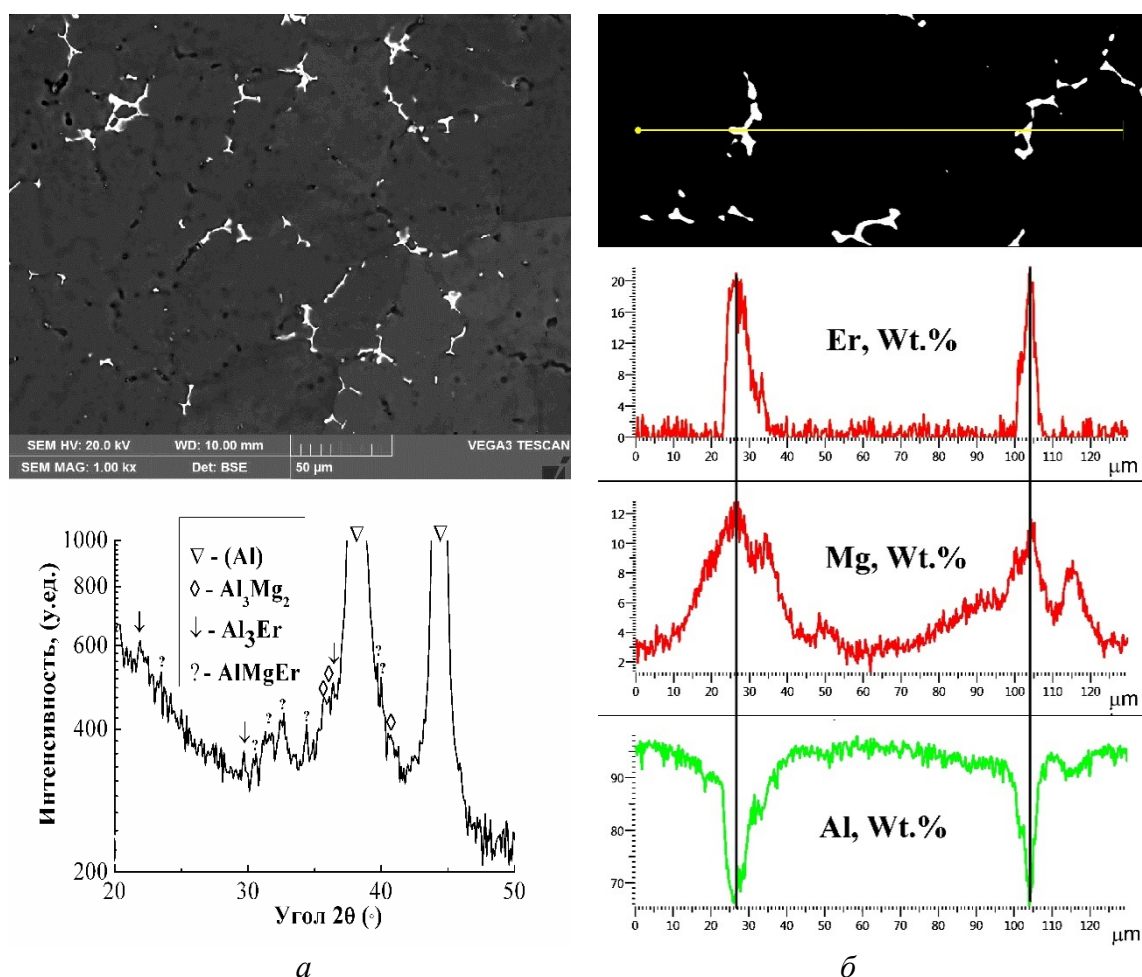


Рис. 2. Микроструктура и рентгеновская дифрактограмма (а), распределение химических элементов (б) в сплаве Al–5.7Mg–0.4Mn–0.12Sc–0.1Zr–0.38Er

В [10] было показано, что в системе Al–Mg–Er образуются несколько тройных фаз. По-видимому, не идентифицированные пики соответствуют тройной фазе (Al, Mg, Er).

Сплав Al–5.7Mg–0.4Mn–0.12Sc–0.1Zr–0.38Er имеет прочность ниже, чем сплав 1570 в том же состоянии (технология 1). С увеличением доли холодной деформации ( $\epsilon_c$ )  $\sigma_{0.2}$  нового сплава выше на 17–40 МПа в деформированном и отожженном состояниях (технология 2).

Таблица

Свойства сплавов 1570 и Al–5.7Mg–0.4Mn–0.12Sc–0.1Zr–0.38Er  
в различных состояниях

Сплав	$\epsilon_c$	$\epsilon_f$	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\sigma_B$ , МПа	$\delta$ , %	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\sigma_B$ , МПа	$\delta$ , %
			Деформированное состояние			Отожженное (200 °С, 1 ч)		
1570 (Технология 1)	0.7	2.3	440	513	5.4	353	463	11.4
1570Er (Технология 1)	0.7	2.3	431	489	6.7	337	444	11.2
1570Er (Технология 2)	2.0	2.7	480	524	4.2	370	470	9.5

## ЛИТЕРАТУРА

1. Vladivoj O. Resistance to recrystallization due to Sc and Zr addition to Al–Mg alloys / O. Vladivoj, S. Margarita // Mater. Charact. 2001. V. 47 P. 157–162.
2. Filatov Yu. A. New Al–Mg–Sc alloys/ Yu. A. Filatov, V. I. Yelagin, V. V. Zakharov // Mater. Sci. & Eng. A. 2000. V. 280. P. 97–101.
3. Booth-Morrison C. Coarsening resistance at 400°C of precipitation-strengthened Al–Zr–Sc–Er alloys / C. Booth-Morrison, D. C. Dunand, D. N. Seidman // Acta Mater. 2011. V. 59. P. 7029–7042.
4. Effects of homogenization on microstructures and properties of a new type Al–Mg–Mn–Zr–Ti–Er alloy / L. Z. He [et al.] // Mater. Sci. and Eng. A. 2010. V. 527. P. 7510–7518.
5. Effect of small additions Y, Sm, Gd, Hf and Er on the structure and hardness of the alloy Al-0.2% Zr-0.1% Sc / A. V. Pozdniakov [et al.] // Met. Sci. and Heat Treat. 2017. V. 58 (9–10). P. 537–542.
6. Valiev R. Z. Structure and properties of ultrafine-grained materials produced by severe plastic deformation / R. Z. Valiev, A. V. Korznikov, R. R. Mulyukov // Mater. Sci. Eng. A V. 1993. V. 168. P. 141–148.
7. Sabirov I. N. Nanostructured aluminium alloys produced by severe plastic deformation: New horizons in development / I. N. Sabirov, M. Yu. Murashkin, R. Z. Valiev // Mater. Sci. Eng. A. 2013. V. 560. P. 1–24.
8. Evolution of structure and mechanical properties of Al-4.7Mg-0.32Mn-0.21Sc-0.09Zr alloy sheets after accumulated deformation during rolling/ V. S. Zolotarevskiy [et al.] // The Phys. of Met. and Metall. 2016. V. 117 (11). P. 1163–1169.
9. Strength and substructure of the Al-4.7Mg-0.32Mn-0.21Sc-0.09Zr alloy sheets/ V. S. Zolotarevskiy [et al.] //, The Phys. of Met. and Metall. 2017. V. 118(2).
10. The Al–Er–Mg ternary system Part I: Experimental investigation / A. Saccone [et al.] // J. of Phase. Eq. 2002. V. 23 (1). P. 29–37.



***Р. Р. Бочкова<sup>1</sup>, М. М. Абрамова<sup>2\*</sup>, М. В. Караваева<sup>2</sup>***

<sup>1</sup>ООО «Вилабратор Аллевар Урал», г. Екатеринбург

<sup>2</sup>Уфимский государственный авиационный технический университет, г. Уфа

\**abramovamm@yandex.ru*

## **ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ ПРЕДВАРИТЕЛЬНОГО ОТПУСКА НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ВЫСОКОУГЛЕРОДИСТОЙ ПОДШИПНИКОВОЙ СТАЛИ ПОСЛЕ РКУП**

В работе исследована возможность деформирования закаленного состояния высокоуглеродистой подшипниковой стали после отпуска при различных температурах. Деформацию осуществляли методом равноканального углового прессования. Показано, что в результате повышения температуры предварительного отпуска наблюдается снижение прочностных характеристик: предела прочности и предела текучести, твердости стали.

*Ключевые слова:* интенсивная пластическая деформация, подшипниковые стали, механические свойства.

***R. R. Bochkova, M. M. Abramova, M. V. Karavaeva***

## **EFFECT OF PRE-TEMPERING TEMPERATURE ON THE MECHANICAL PROPERTIES OF HIGH-CARBON BEARING STEEL AFTER ECAP**

The possibility of deformation of the quenched state of high-carbon bearing steel after tempering at different temperatures has been investigated. The deformation was carried out by equal-channel angular pressing. It is shown the increasing of the temperature of the preliminary tempering results in a decrease in the strength characteristics: the tensile strength and yield strength, and the hardness of the steel.

*Keywords:* severe plastic deformation, bearing steel, mechanical properties.

Методы ИПД позволяют получать СМК и наноструктуры во многих металлах и сплавах. Эти методы успешно применялись для различных сталей (низко- и среднеуглеродистых, нержавеющей). Однако, исследования ИПД высокоуглеродистых сталей до настоящего времени изучены мало. К тому же показано, что деформация закаленного состояния может привести к повышенным значениям прочности для сталей [1], хотя при этом значительно усложняется сам процесс деформации. В связи с этим возрастает актуальность проведения экспериментальных исследований высокоуглеродистой стали при ИПД и подбор исходного состояния для деформации. В качестве исследуемого

материала была использована высокоуглеродистая подшипниковая сталь 1%С–1,5%Cr.

Для анализа влияния температуры отпуска (деформации) на свойства стали провели отпуск при температурах 300 °С, 400 °С и 500 °С в течение часа. Микроструктура стали после отпуска при различных температурах приведена на рис. 1. При температуре отпуска 300 °С в результате частичного распада мартенсита закалки образуется мартенсит отпуска, в котором наблюдается перераспределение углерода с начальным образованием карбидов. Отпуск при 400 °С приводит к завершению распада мартенсита на мелкодисперсную феррито-цементитную смесь, называемую трооститом отпуска. В структуре также присутствует частично не растворенная после закалки доля карбидов. В результате отпуска при 500 °С структура представляет собой сорбит отпуска с большим количеством высокодисперсных карбидов. В целом структура стали ШХ 15 после предварительного отпуска представлена феррито-карбидной смесью преимущественно пластинчатого типа.

Механические свойства приведены в табл. 1. Из таблицы видно, что при повышении температуры отпуска значительно снижается прочность и твердость при некотором повышении пластичности за счет формирования более равновесного состояния в стали: феррито-карбидной смеси.

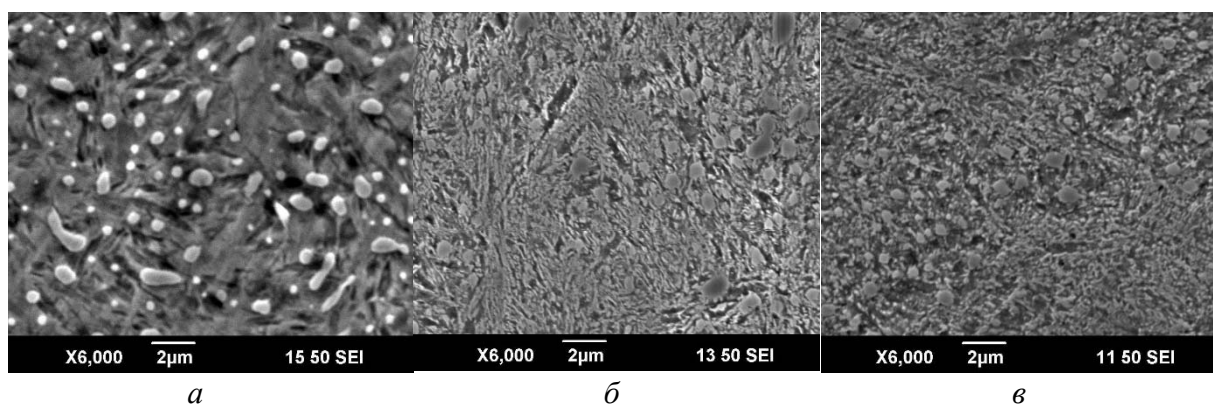


Рис. 1. Микроструктура стали ШХ15 после различной температуры отпуска  
*a* – 300 °С, *б* – 400 °С, *в* – 500 °С

Исследование микроструктуры после деформации показало, что во всех случаях формируется структура типа зернистого перлита, количество и размеры карбидной фазы зависят от режима обработки. Типичная микроструктура представлена на рис. 2. После РКУП наблюдаются сферические карбиды двух размерных фракций: со средним размером около 0,1 мкм и средним размером до 1 мкм, как видно на рис. 2.

Таблица 1

Механические свойства стали ШХ15 после предварительного отпуска

№	Состояние	$\sigma_B$ , МПа	$\sigma_{0,2}$ , Мпа	HRC	$\delta$ , %	$\psi$ , %
1	Закалка: $T = 840\text{ }^{\circ}\text{C}$ – 0,5 час охлаждение в масле + $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ – 1 ч.	2150	1956	65	< 1	< 1
2	Закалка: $T = 840\text{ }^{\circ}\text{C}$ – 0,5 час, охлаждение в масле + отпуск $T = 300\text{ }^{\circ}\text{C}$ – 1 ч.	1940	1800	61	2	< 1
3	Закалка: $T = 840\text{ }^{\circ}\text{C}$ – 0,5 час, охлаждение в масле + отпуск $T = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$ – 1 ч.	1610	1370	52	3	9
4	Закалка: $T = 840\text{ }^{\circ}\text{C}$ – 0,5 час, охлаждение в масле + отпуск $T = 500\text{ }^{\circ}\text{C}$ – 1 ч.	1280	1030	45	8	34

Исследование микроструктуры после деформации показало, что во всех случаях формируется структура типа зернистого перлита, количество и размеры карбидной фазы зависят от режима обработки. Типичная микроструктура представлена на рис. 2. После РКУП наблюдаются сферические карбиды двух размерных фракций: со средним размером около 0,1 мкм и средним размером до 1 мкм, как видно на рис. 2.

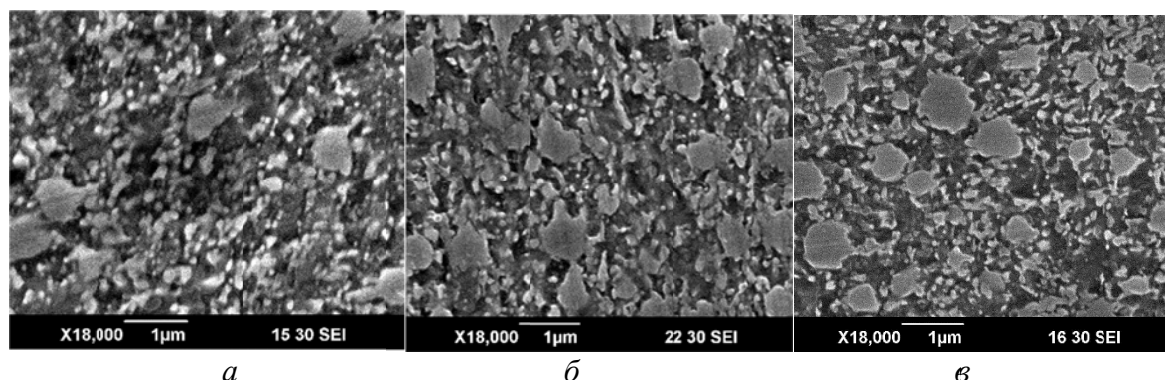


Рис. 2. Микроструктура стали ШХ15, подвергнутой РКУП после предварительного отпуска: а –  $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ , б –  $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ , в –  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$

Данные механических испытаний после различных режимов сочетания термической обработки и РКУП представлены в табл. 2.

Таблица 2

Механические свойства стали ШХ15 после РКУП при  $T = 500\text{ }^{\circ}\text{C}$   
в зависимости от температуры отпуска

№	Обработка	$\sigma_B$ , МПа	$\sigma_{0,2}$ , МПа	HRC	$\delta$ , %	$\psi$ , %
1	отпуск $T = 300\text{ }^{\circ}\text{C}$ +РКУП $T = 500\text{ }^{\circ}\text{C}$	1340	1300	43	2	18
2	отпуск $T = 400\text{ }^{\circ}\text{C}$ +РКУП $T = 500\text{ }^{\circ}\text{C}$	1260	1200	41	2,5	25
3	отпуск $T = 500\text{ }^{\circ}\text{C}$ +РКУП $T = 500\text{ }^{\circ}\text{C}$	1150	1080	40	4	40

Анализ результатов механических испытаний показал, что повышение температуры предварительного отпуска приводит к снижению прочностных характеристик: предела прочности и предела текучести (рис. 3), а также твердости стали. Однако существенного повышения пластичности при этом не отмечено: равномерное удлинение при всех температурах в пределах  $\delta \sim 2,5\text{--}4\text{ } \%$ .

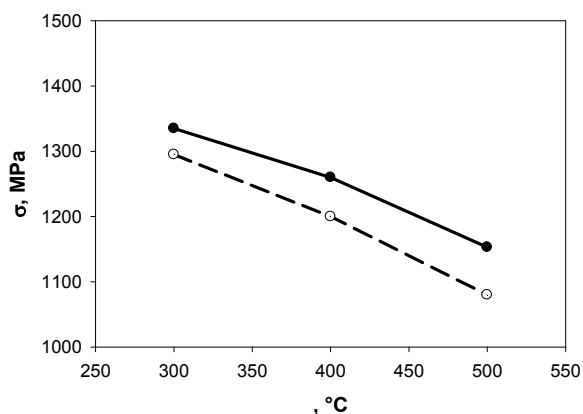


Рис. 3. Изменение предела прочности (сплошная линия) и предела текучести (штриховая линия) после РКУП стали при температуре  $T = 500\text{ }^{\circ}\text{C}$  в зависимости от температуры предварительного отпуска

Сопоставление данных позволяет сделать вывод, что пластическая деформация стали в отпущенном состоянии позволяет повысить прочностные характеристики. Это объясняется тем, что разупрочнение в процессе динамического отпуска превалирует над упрочнением в результате наклепа пластической деформации. К повышению

пластичности приводит измельчение структурных составляющих в результате интенсивной пластической деформации.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ № 17-48-020253.*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Микроструктура и механические свойства среднеуглеродистой стали, подвергнутой интенсивной пластической деформации / М. В. Караваева [и др.] // МиТОМ. 2012. № 4. С. 4–7.

**М. С. Калиенко<sup>1, 2\*</sup>, А. В. Желнина<sup>1, 2</sup>**

<sup>1</sup>ПАО «Корпорация ВСППО-АВИСМА», г. Верхняя Салда

<sup>2</sup>Уральский федеральный университет имени первого Президента России

Б. Н. Ельцина, Екатеринбург

\* *kamak85@rambler.ru*

## МЕХАНИЗМЫ РАЗРУШЕНИЯ В ТИТАНОВЫХ СПЛАВАХ ПРИ КОМНАТНОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ ПОСЛЕ ВЫДЕРЖКИ ПРИ ПОВЫШЕННОЙ ТЕМПЕРАТУРЕ

Исследованы листы из титановых сплавов VT20, VT25U и Ti6242S после отжига 560 °С – 1000 часов в воздушной атмосфере. Проведено испытание на растяжение при комнатной температуре окисленных образцов и фрактографическое исследование их поверхности и изломов. Обнаружены особенности разрушения? характерные для каждого из рассмотренных сплавов.

*Ключевые слова:* окисление, титановый сплав, излом, трещины.

***M. S. Kalienko, A. V. Zhelnina***

## ROOM TEMPERATURE FRACTURE PROCESSES OF TITANIUM ALLOYS FOLLOWING ELEVATED TEMPERATURE EXPOSURE

In this work, samples from titanium alloys VT20, VT25U and Ti6242S exposed to laboratory air at 560 °C for 1000 h. The specimens with oxygen-enriched layer used for mechanical testing and then investigated by fractography.

*Keywords:* ti alloy, oxidation, fracture, cleavage facets.

Титановые сплавы уникальны, прежде всего, благодаря двум своим свойствам: высокой удельной прочности и коррозионной стойкости. Это позволяет успешно применять их в аэрокосмическом секторе, химической промышленности, медицине и спорте. Наиболее широко титановые сплавы используются в авиа- и двигателестроении.

Изменение ряда механических свойств титановых сплавов из-за сравнительно низкого сопротивления окислению и газонасыщения поверхности является одной из основных причин, ограничивающих использование титановых сплавов при повышенных температурах. При температурах выше 400 °С титан начинает активно взаимодействовать с атмосферными газами, в результате чего металл окисляется, образуется газонасыщенный слой. Образовавшийся газонасыщенный слой представляет собой твердый раствор внедрения кислорода в титане, имеет

высокую твердость и хрупкость, пониженную пластичность и вязкость, снижает усталостную прочность [1–4].

В настоящее время компоненты гражданских турбореактивных двигателей сделанные из титана сравнительно мало находятся при максимальной температуре их эксплуатации (активного газонасыщения) во время одного стандартного полета самолета. Но если сложить эти короткие периоды, то “набегают” сотни часов в течении всей жизни самолета, за которые на поверхности титанового сплава формируется окисел и газонасыщенный слой. Для того чтобы увеличить максимальную рабочую температуру титановых сплавов в турбореактивном двигателе, необходимо понимание влияния физических процессов окисления и образования газонасыщенного слоя на механические свойства и механизмы разрушения.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЙ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

В работе исследовали листы из титановых сплавов BT20, BT25Y и Ti6242S производства ПАО «Корпорация ВСМПО-АВИСМА» в состоянии после отжига. Коэффициенты  $K_\beta$  и  $Al_{ЭКВ}$  сплавов представлены в табл. 1. Для исследования механических свойств использовали стандартные образцы с рабочей частью 12 x 50 мм. Образцы для испытаний на растяжение были изготовлены на электроискровом станке. После вырезки образцы были дополнительно потравлены со съемом 0,02 мм для удаления оплавленного бокового слоя. Перед отжигом все образцы были обезжирены бензином и промыты этиловым спиртом.

Изотермический отжиг образцов от листов проводился при температуре 560 °С в течение 1000 ч. Термическую обработку осуществляли в электрической лабораторной печи объемом 0,5 м<sup>3</sup> с вентилятором для перемешивания воздуха и точностью поддержания температуры 5 °С.

Электронно-микроскопические исследования проводились на РЭМ Quanta 3D FEG. Снимки микроструктуры, полученные в обратнорассеянных и во вторичных электронах.

Таблица 1

Коэффициенты  $K_\beta$  и  $Al_{ЭКВ}$  титановых сплавов

	$K_\beta$ -сплава	$Al_{СТР. ЭКВ}$
BT20	0,17	7,5
Ti6242S	0,19	8,5
BT25Y	0,38	8,7

Механические свойства листов из титановых сплавов представлены в табл. 2. У сплава Ti6242S наблюдается существенное снижение

относительного удлинения после отжига 560 °С – 1000 ч, сплав ВТ25У разрушается хрупко. Данное снижение пластичности связано с состоянием поверхности металла, т. к. на полированных образцах сплава ВТ25У пластичность на уровне исходного состояния.

Таблица 2

Результаты механических испытаний на растяжение при температуре 25 °С

	Исходные образцы		Образцы с окислом		Полированные образцы	
	$\sigma_B$ , МПа	$\delta$ , %	$\sigma_B$ , МПа	$\delta$ , %	$\sigma_B$ , МПа	$\delta$ , %
ВТ20	1044	13,0	1117	11,9	–	–
Ti6242S	1011	14,0	1030	6,6	–	–
ВТ25У	1204	12,1	хр. разр.	–	1247	13,1

На рисунке представлены изображения полученные в режиме обратнорассеянных электронов, отображающие особенности деформации поверхности сплавов вблизи изломов в плоскости листов. У сплавов ВТ20 и Ti6242S при испытании на растяжение в рабочей зоне образцов образуются трещины, ориентированные перпендикулярно направлению нагружения и имеющие, как следствие, максимальное раскрытие на поверхности после разрушения образцов. У сплава ВТ20 в сравнении с Ti6242S наблюдается больше поперечных трещин, трещины расположены на меньшем расстоянии друг от друга. Помимо этого у сплава ВТ20 имеющего максимальное относительное удлинение просматривается сетка вторичных трещин ориентированных под углом близким к 45 ° относительно оси нагружения, и наблюдается активное сопутствующее отслаивание окалина в данных направлениях (рис. в). Наличие трещин и отслаивание окалина в направлении около 45° относительно оси нагружения свидетельствуют о том, что деформация поверхности частично осуществляется за счёт сдвига в данном направлении, о чем свидетельствует наличие линий скольжения на поверхности в местах свободных от окалина (рис. г). У сплава ВТ25У трещины исходят от очага излома, имеют извилистую траекторию распространения. На расстоянии более 800 мкм от излома трещин у сплава ВТ25У не наблюдается, в то время как у других сплавов они присутствуют на всей рабочей части образцов. Сплав ВТ25У разрушается хрупко на упругом участке нагружения. Следовательно, наблюдаемые на его поверхности трещины являются вторичными трещинами и сплав разрушается при появлении первичной трещины, которая раскрывается и разрушает образец. Таким образом, наблюдаемое максимальное относительное удлинение у сплава ВТ20 обеспечивается за счёт максимальная пластичность поверхностного слоя среди рассмотренных сплавов, а именно достаточно большого



количества поперечных поверхностных трещин и сдвиговой деформации поверхностного слоя.

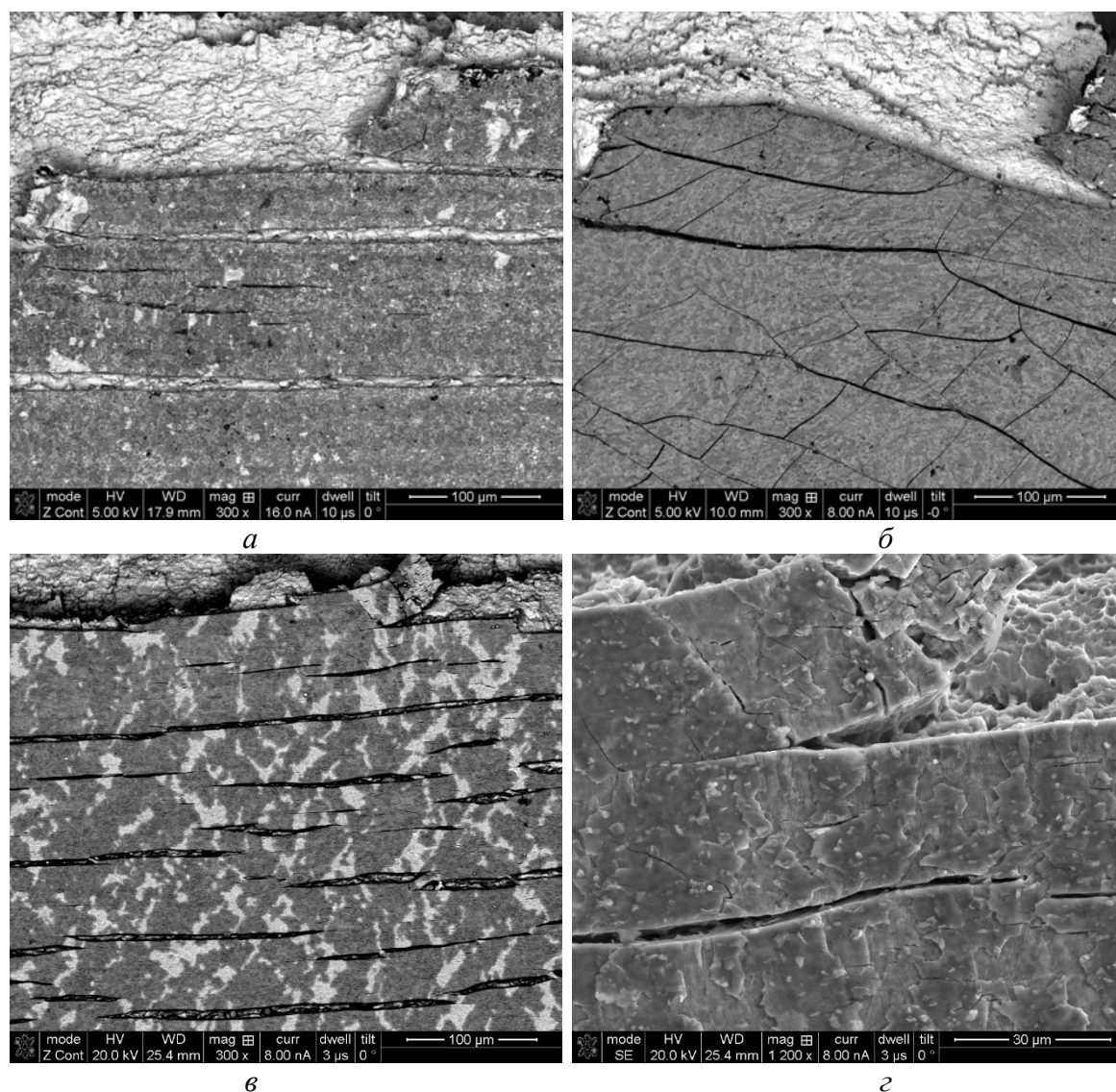


Рис. Поверхность образцов после отжига 560 °С – 1000 ч – воздух и испытания на растяжение: а – Ti6242S; б – VT25Y; в, г – VT20

На пластическом участке деформации образцов VT20 и Ti6242S этап разрушения сводится к факту нелокализованного накопления стабильных микротрещин по всей поверхности нагруженного образца. Причины стабилизации начальных трещин на данный момент не ясны. Возможно, стабилизация связана с пластической релаксацией в вершинах имеющих трещин, препятствующей локализации разрушения. На втором этапе разрушения происходит переход от нелокализованного разрушения к локализации и разрыву образцов. В основе разрушения твердых сред лежит множественное накопление стабильных зародышевых трещин. Факт прохождения на данных сплавах фазы нелокализованного разрушения

является очевидным. Более того, он противоречит чисто механической картине разрушения, в которой даже малый дефект является концентратором напряжений, следовательно, было бы вправе ожидать, что процесс трещинообразования должен был бы быть локализован возле образовавшихся малых трещин. У сплава ВТ25У возникновение концентратора напряжений на упругом участке растяжения, очевидно, приводит к локализованному разрушению – разрыву образца. Для детального даже качественного описания разрушения, которое, как известно, заканчивается разделением тела на части, то есть распространением одной или нескольких трещин, следует ответить на следующий закономерный вопрос: почему у сплавов ВТ20 и Ti6242S наблюдается нелокализованное накопление стабильных микротрещин и каким образом осуществляется переход от нелокализованного разрушения к росту магистральной трещины, приводящей к заключительной фазе разрыва при испытании на растяжение. Ответ на этот вопрос без сомнения представляется весьма интересным и полезным, поэтому мы продолжим исследования в данной области в наших дальнейших работах.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведенные в работе исследования выявили особенности разрушения образцов от листов из жаропрочных титановых сплавов Ti6242, ВТ20, ВТ25У после длительного отжига в воздушной атмосфере 560 °С – 1000 ч. Рассмотрено изменение механических свойств сплавов при испытании на растяжение после длительного отжига. Обнаружено различное снижение относительного удлинения окисленных образцов, от хрупкого разрушения сплава ВТ25У до 11,9 % относительного удлинения у сплава ВТ20. Получены новые данные о механизмах разрушения рассмотренных титановых сплавов.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Солонина О. П. Титановые сплавы. Жаропрочные титановые сплавы / О. П. Солонина, С. Г. Глазунов. Москва : Металлургия, 1976. 448 с.
2. Пульцин Н. М. Взаимодействие титана с газами / Н. М. Пульцин. Москва : Металлургия, 1969. 216 с.
3. Лазарев Э. М. Окисление титановых сплавов / Э. М. Лазарев, З. И. Корнилова, Н. М. Федорчук. Москва : Наука, 1985. 140 с.
4. Калиенко М. С., Волков А. В., Желнина А. В., Русаков К. А. Проблемы оценки газонасыщения в титановых сплавах при максимальных температурах эксплуатации // XV Международная конференция «Ti-2016 в СНГ». Санкт-Петербург. 2016.

***М. А. Филиппов<sup>1</sup>, Г. А. Ягудин<sup>1</sup>, В. В. Легчило<sup>1</sup>, С. Х. Эстемирова<sup>2</sup>***

<sup>1</sup>Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина  
г. Екатеринбург

<sup>2</sup>Институт металлургии УрО РАН, г. Екатеринбург

## **ПОВЫШЕНИЕ ИЗНОСОСТОЙКОСТИ СТАЛЕЙ ПЕРЛИТНОГО КЛАССА ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОЙ ЗАКАЛКОЙ**

В работе приведены результаты сравнительного изучения взаимосвязи структуры, формирующейся в процессе термической обработки, с абразивной износостойкостью сталей двух структурных классов – высокомарганцевой аустенитной стали 110Г13Л и сталей перлитного класса 70Х2ГСМЛ и 150ХНМЛ.

*Ключевые слова:* ударно-абразивное изнашивание; износостойкость; термообработка; микротвёрдость; остаточный аустенит; карбиды.

***M. A. Filippov, G. A. Yagudin, V. V. Legchilo, S. K. Estemirova***

## **IMPROVEMENT OF WEAR RESISTANCE OF PEARLITIC CLASS STEELS BY HIGH TEMPERATURE QUENCHING**

The paper presents the results of a comparative study of the relationship between the structure formed in the heat treatment process and the abrasive wear resistance of steels of two structural classes-high-manganese austenitic steel 110Г13Л and pearlite grade 70Х2ГСМЛ and 150ХНМЛ steels.

*Keywords:* impact-abrasive wear, wear resistance, heat treatment, micro hardness, residual austenite, carbides.

### **Введение**

В ряде случаев сталь 110Г13Л, имеющую ряд недостатков, можно заменить выкокоуглеродистыми перлитными сталями с 0,7–0,8 % С, износостойкость которых составляет—70 % от уровня, обеспечиваемого образцами из стали 110Г13Л [1]. Дополнительные резервы повышения износостойкости перлитных сталей заключаются в закалке от высоких температур, вследствие получения структуры метастабильного остаточного аустенита, превращающегося в процессе абразивного изнашивания в мартенсит деформации на рабочей поверхности, повышая способность стали к фрикционному упрочнению [2].

### **Материалы и методика исследований**

В качестве материала для исследования использовали ударные образцы двух сталей перлитного класса с разным содержанием углерода – 70Х2ГСМЛ и 150ХНМЛ. Образцы стали 70Х2ГСМЛ изучали после

нормализации с нагревом при 850 °С и отпуска в интервале температур 450–600 °С, 2 часа, а также после закалки от 900 и 1150 °С в масло, а стали 150ХНМЛ – после закалки в масло от 900 и 1150 °С. Испытания абразивной износостойкости образцов производили близкой к методике, описанной в работах [2, 3]. Образцы с площадью рабочей части 10 × 10 мм совершали возвратно-поступательное движение по шлифовальной бумаге 14А32МН481 (ГОСТ 6456–82) на корундовой основе со скоростью 125 мм/с и смещением образца за один двойной ход 1,2 мм. Нагрузка на образцы, установленные в суппорте станка, составляла 10 кг (удельная нагрузка 1 МПа).

### Результаты исследований

Из рис. 1 следует, что твёрдость стали 70Х2ГСМЛ по мере повышения температуры отпуска от 450 до 600 °С прогрессивно уменьшается от 42 до 32 HRC, соответственно снижается абразивная износостойкость – потери массы растут от 0,32 до 0,48 г, т. е. абразивная износостойкость стали составляет от 0,83 до 0,52, соответственно по отношению к стали 110Г13Л, износостойкость которой принята за единицу.

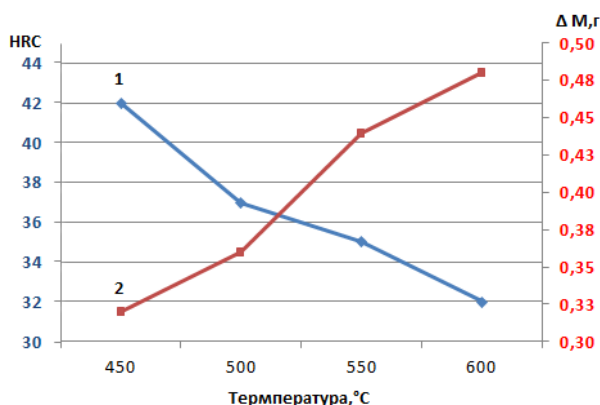


Рис. 1. Зависимость изменения твердости (HRC, 1), потери массы (ΔM, г, 2) от температуры отпуска с выдержкой 2 часа после нормализации стали 70Х2ГСМЛ от 850 °С

Как следует из работ [4], износостойкость сталей определяется уровнем эффективной прочности поверхностного слоя, который достигается у данных материалов на рабочей поверхности в процессе абразивного изнашивания. Он зависит от исходной твёрдости материалов и прироста твёрдости их активных слоев за счет наклёпа, происходящего в зоне фрикционного контакта. Несмотря на то, что аустенит стали 110Г13Л с низкой исходной твёрдостью не претерпевает мартенситного превращения при изнашивании, он обладает относительно высокой способностью к фрикционному упрочнению вследствие низкой энергии дефектов упаковки углеродистого марганцевого аустенита, и на рабочей

поверхности формируется вторичная структура с достаточно высокой микротвёрдостью – 5, 84 ГПа, в то время как у образцов стали 70Х2ГСМЛ – 4,25–4,97 ГПа.

Таким образом, аустенитная сталь 110Г13Л превосходит сталь перлитного класса 70Х2ГСМЛ по износостойкости при абразивном изнашивании примерно в 1,2–1,5 раза в зависимости от температуры отпуска после нормализации, несмотря на более низкую исходную твёрдость, вследствие более высокой способности к фрикционному упрочнению рабочей поверхности в процессе микрорезания и царапания при изнашивании. Микроструктура образца стали 70Х2ГСМЛ по морфологии и средней микротвёрдости 394 МПа после нормализации и отпуска при 550 °С представляет собой сорбит отпуска с дисперсными выделениями карбидов глобулярной формы и локальными скоплениями более крупных карбидов, а именно светлых кристаллов на рис. 2, по-видимому, в местах ликвационного обогащения углеродом и карбидообразующими элементами.

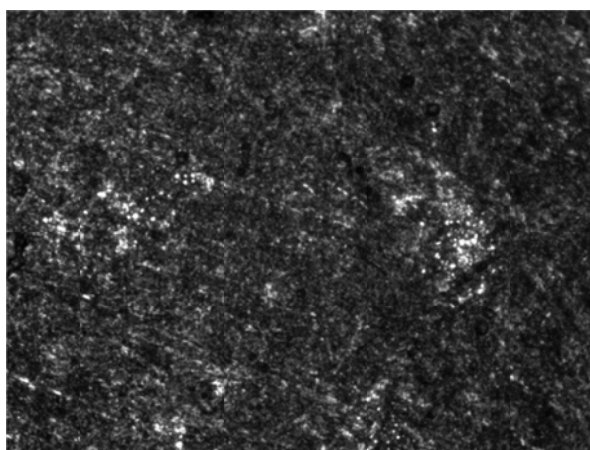


Рис. 2. Микроструктура стали 70Х2ГСМЛ после нормализации от 850 °С и отпуска при 550 °С, 2 часа, х 400

Сталь 70Х2ГСМЛ после такой термообработки имеет невысокую ударную вязкость, не превышающую  $KCU = 30 \text{ Дж/см}^2$ , но достаточную для эксплуатации в условиях абразивного изнашивания при действии умеренных ударных нагрузок [1].

Значительный интерес для повышения абразивной износостойкости сталей перлитного класса представляет изучение возможности высокотемпературной закалки с формированием в качестве структурной составляющей метастабильного аустенита, превращающегося в мартенсит на рабочей поверхности при фрикционном воздействии. Так, на примере сталей перлитного и ледебуритного классов 150ХНМЛ и Х12МЛ показано, что в результате закалки от нормальной температуры (850 °С) микроструктура мелкоигольчатого мартенсита с избыточными карбидами

обеспечивает высокую твердость (61 HRC), однако максимальная износостойкость при абразивном изнашивании достигается после высокотемпературной закалки стали ( $1100 \div 1175$  °C), формирующей мартенситно-карбидную структуру с метастабильным аустенитом в количестве 15–25 % и высокой способностью к фрикционному упрочнению [4]. С этой целью образцы стали 70X2ГСМЛ закалены в масле после нагрева при температурах 900 и 1150 °C. Твердость после таких режимов закалки составила 60 и 57 HRC, соответственно, т. е. после высокотемпературной закалки твердость ниже на 3 единицы, чем после закалки от нормальной температуры (табл. 1), а стали 150ХНМЛ – на 15 единиц ниже.

Таблица

Результаты испытаний образцов исследуемых сталей на абразивное изнашивание ( $\epsilon$  – относительная износостойкость сталей)

Марка стали и режим обработки	$\epsilon$	HRC	$H_{50\text{изн.}, \text{ГПа}}$
Сталь 110Г13Л, закалка от 1050 °C	1,0	20	5,84
Сталь 70X2ГСМЛ, закалка от 900 °C в масле, отпуск при 200 °C, 2 ч	1,19	60	9,3
Сталь 70X2ГСМЛ, закалка от 1150 °C в масле, отпуск при 200 °C, 2 ч	1,43	57	10,1
Сталь 150ХНМЛ, закалка от 900 °C в масле, отпуск при 200 °C, 2 ч	1,55	60	10,5
Сталь 150ХНМЛ, закалка от 1150 °C в масле, отпуск при 200 °C, 2 ч	3,2	45	12,0

Результаты анализа показали, что фазовый состав образцов сталей 70X2СМЛ и 150ХНМЛ после закалки от 900 °C представляет собой мартенсит и небольшое количество остаточного аустенита (менее 5 %). Присутствия карбидов на дифрактограммах не фиксируется. Фазовый состав после изнашивания состоит только из мартенсита со следами присутствия остаточного аустенита. При высокотемпературной закалке образцов стали 70X2СМЛ и особенно 150ХНМЛ формируется структура, отличающаяся по фазовому составу от такового после закалки от температуры 900 °C – наряду с мартенситом появляется остаточный аустенит в количестве 20 % в первой и 50 % – второй стали, (рис. 3, а). Остаточный аустенит метастабилен и в процессе изнашивания в поверхностном слое большая его часть превращается в мартенсит деформации, в рабочем слое образцов после износа фиксируется около 5 % аустенита (рис. 3, б). Повышенное содержание остаточного аустенита после закалки от высокой температуры – 1150 °C – возникает, по-видимому, вследствие растворения избыточных дисперсных частиц легированных хромом карбидов.

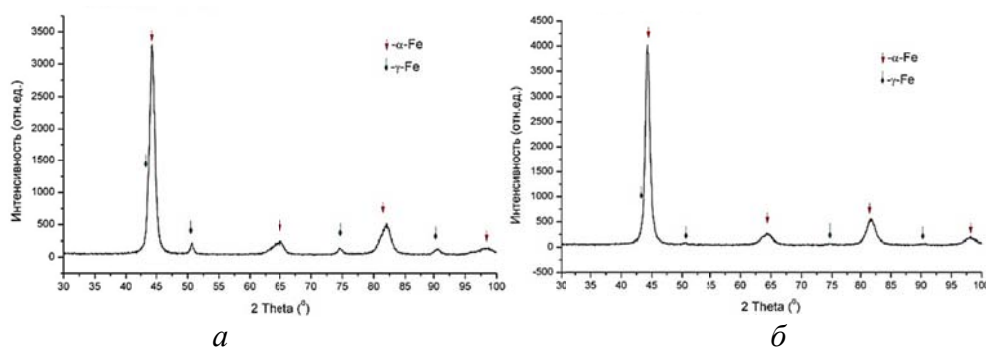


Рис. 3. Дифрактограммы образца стали 70X2СМЛ: *а* – после закалки от 1150 °С; *б* – после изнашивания

### Закключение

Сталь перлитного класса 70X2ГСМЛ, после нормализации от 850 °С и отпуска при 550 °С можно использовать для отливки бронефутировки плит шаровых и стержневых мельниц, подвергающихся механообработке и работающих в условиях абразивного воздействия без значительных ударных нагрузок. Износостойкость образцов из этой стали со структурой сорбита отпуска достигает при испытании по закреплённому абразиву 55–60 % от уровня, обеспечиваемого образцами, изготовленными из стали 110Г13Л, но менее экономичность, технологичность в изготовлении и вопросы экологии могут решить вопрос в пользу применения перлитных сталей. Дополнительным резервом повышения абразивной износостойкости сталей перлитного класса – 70X2ГСМЛ и 150ХНМЛ – служит высокотемпературная закалка с образованием в структуре метастабильного аустенита. Максимум износостойкости достигается после закалки стали на 1150 °С в масле, формирующей мартенситную структуру с метастабильным аустенитом (20–50 %), превращающимся в мартенсит на рабочей поверхности при изнашивании с высокой способностью к фрикционному упрочнению. Абразивная износостойкость стали 70X2ГСМЛ с такой микроструктурой на 40 %, а стали 150ХНМЛ – в 3 раза превышает абразивную износостойкость стали 110Г13Л.

### ЛИТЕРАТУРА

1. Филиппов М. А. Износостойкие стали для отливок: учебник / М. А. Филиппов, А. А. Филиппенков, Г. Н. Плотников. Москва : Металлургия, 2009. 358 с.
2. Бернштейн М. Л. Металловедение и термическая обработка стали: учебник / М. Л. Бернштейн, А. Г. Рахштадт. Москва : Металлургия. 1983. 368 с.
3. Хрущев М. М. Абразивное изнашивание: учебник / М. М. Хрущёв, М. А. Бабичев. Москва : Наука, 1970. 252 с.
4. Формирование структуры износостойких сталей 150ХНМЛ и Х12МФЛ при закалке / М. А. Филиппов [и др.] // МиТОМ. 2015. № 11. С. 5–9.

**И. В. Слинкин**\*

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

\**i.v.slinkin@yandex.ru*,

Научный руководитель – проф. кафедры физики ИнФО, д-р физ.-мат. наук *О. А. Чикова*

## ИЗМЕРЕНИЕ НАНОМЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫХ МАГНИТОВ SmCo

Изучены наномеханические свойства спеченных редкоземельных магнитов SmCo марки КС-37. Методом наноиндентирования измерены твёрдость по Викерсу HV(МПа) и модуль Юнга E(ГПа) фазовых составляющих  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$  и  $\text{SmCo}_5$ . Полученные результаты обсуждаются с позиций современных представлений о материалах аддитивного производства.

*Ключевые слова:* наноиндентирование, редкоземельные магниты, аддитивные технологии, наномеханические свойства.

**I. V. Slinkin**

## NANOMECHANICAL PROPERTIES OF RARE-EARTH MAGNETS SmCo

Nanomechanical properties of the sintered rare-earth magnets SmCo of grade KS-37 are studied. Hardness and Young's modulus of phase  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$  and  $\text{SmCo}_5$  were measured by nanoindentation method. Results are discussed within the modern concept about additive technologies.

*Keywords:* nanoindentation, rare earth magnets, additive technologies, nanomechanical properties.

Редкоземельные магниты в настоящее время широко используются благодаря тому, что позволяют существенно уменьшить габариты приборов и создавать высокие магнитные потоки. Большинство научно-исследовательских работ в области магнитных материалов направлено на изучение их магнитных свойств, в то время как данных по изучению механических свойств практически нет [1]. Известно, что «механические свойства магнитов в значительной степени зависят от конкретных условий производства, от размеров и формы магнита, а также фирмы, производящей магниты, если даже материал остаётся тем же самым. Магниты, как и все хрупкие материалы, характеризуются широким разбросом значений напряжений при разрушении. Анизотропия и



магнитострикционные напряжения также способствуют разрушению магнитов» [1]. Авторами [8] изучена ударная прочность редкоземельных магнитов SmCo марок KC37 и KC25 согласно ГОСТ 21559–76 [9]. Установлено, что магниты с пониженной прочностью к ударной нагрузке имеют повышенную плотность и магнитные свойства, обнаруживают микротрещины, характерные для «переспеченных» магнитов, и более крупные зерна [8]. Авторами [8] рекомендован технологический процесс изготовления магнитов SmCo, заключающийся в снижении температуры спекания и скорости шлифования, увеличении содержания в составе сплава фазы  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$  до 3–5 мас. % и применения в особых случаях жидкофазного спекания. Использование в технологическом процессе данных мероприятий позволяет увеличить выход годной продукции на 7–10 %.

С появлением и развитием методов сканирующей зондовой микроскопии, в т.ч. и непрерывного измерительного наноиндентирования [4–5], стала возможной оценка некоторых важных характеристик материалов в пределах отдельных субмикроструктурных объемов, в частности, твёрдости, модуля Юнга, пластичности, напряжения течения и ряда других. В работах [5–6] подробно описан эксперимент по определению методом наноиндентирования твердости и модуля Юнга в алюминиевых сплавах. В частности, обнаружено, что величина модуля Юнга сильно деформированного материала зависит от его структурного состояния. Модуль Юнга понижается с ростом степени дефектности структуры и повышается при ее релаксации. Причины обнаруженного изменения модуля упругости объясняются с позиций современных представлений о механизмах интенсивной пластической деформации сплавов. Для оценки причин повышения прочности спеченных редкоземельных магнитов  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$  марки KC-37, авторы продолжили эксперименты и, исходя из возможностей метода наноиндентирования, определили для этих сплавов, такие характеристики как твердость и модуль Юнга основных фазовых составляющих  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$  и  $\text{SmCo}_5$ . Результаты этих экспериментов изложены в данной работе.

В работе исследовали объемные образцы спеченных редкоземельных магнитов  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ . Измерение модуля Юнга  $E$  (ГПа) и твёрдости  $HV$  (МПа) отдельных кристаллитов  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$  и  $\text{SmCo}_5$  проводили методом наноиндентирования с помощью НаноСкан-4D (ФБГНУ ТИСНУМ, Россия) в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.748–2011 (ISO 14577). При проведении эксперимента применяли зондовый датчик, в качестве рабочей части которого используется алмазная призма Берковича. Для управления работой НаноСкан-4D использовали ПО NanoScan Device, для получения, хранения и статистической обработки результатов измерений – ПО NanoScan Viewer. Измерение осуществляли в условиях непрерывного нагружения линейно нарастающей во времени

нагрузкой до 50 мН при комнатной температуре. Нагружение и разгрузка индентора, а также запись диаграммы  $P-h$  (прикладываемая нагрузка – глубина внедрения индентора) осуществлялись автоматически. Значения твёрдости и модуля Юнга микрокристаллитов определяли в результате 50 измерений для каждой из фаз. Размер отпечатка индентора измеряли при максимальной глубине погружения индентора. Максимальная глубина отпечатка при нагрузке 50 мН составляла 0,4 мкм (рис. 1).

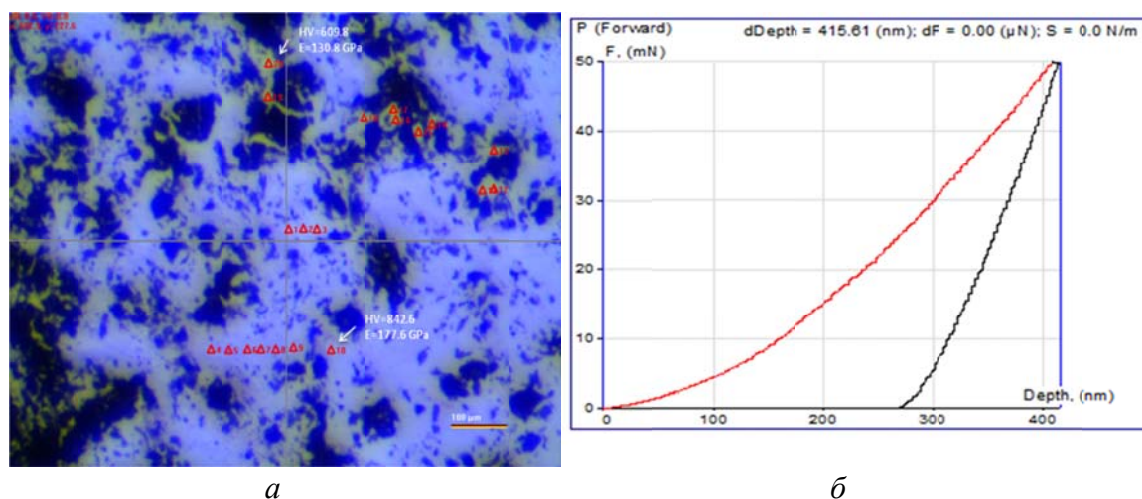


Рис. 1. Микроструктура спеченного магнита KC-37 (а) и типичный протокол измерений для фазы  $\text{SmCo}_5$  (б)

Для обработки результатов испытаний использовали метод Оливера и Фара [3]. Образцы для исследования в виде дисков подвергали механической полировке, в результате чего высота неровностей поверхности не превышала 10 нм.

Микроструктура спеченного магнита  $\text{SmCo}$  марки KC-37 (рис. 1) в основном состоит из первичных дендритов  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$  и  $\text{SmCo}_5$ , их наномеханические свойства – твердость по Викерсу HV (МПа) и модуль Юнга E (ГПа) – измерены в данной работе. Ранее проведены измерения микротвердости HV интерметаллидных фаз  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$  –  $600 \pm 50$  Н/мм<sup>2</sup>;  $\text{SmCo}_5$  –  $840 \pm 50$  Н/мм<sup>2</sup> [2]. Учитывая, что максимальный размер отпечатка при нагрузке до 50 мН сопоставим с масштабом кристаллитов, можно считать, что результат измерений для каждого отпечатка относится к объему, заключенному внутри одного кристаллита, и не учитывает вклад от границ. На рис. 2 и в табл. 1 приводятся экспериментальные данные, полученные при наноиндентировании образца спеченного магнита  $\text{SmCo}$  марки KC-37.

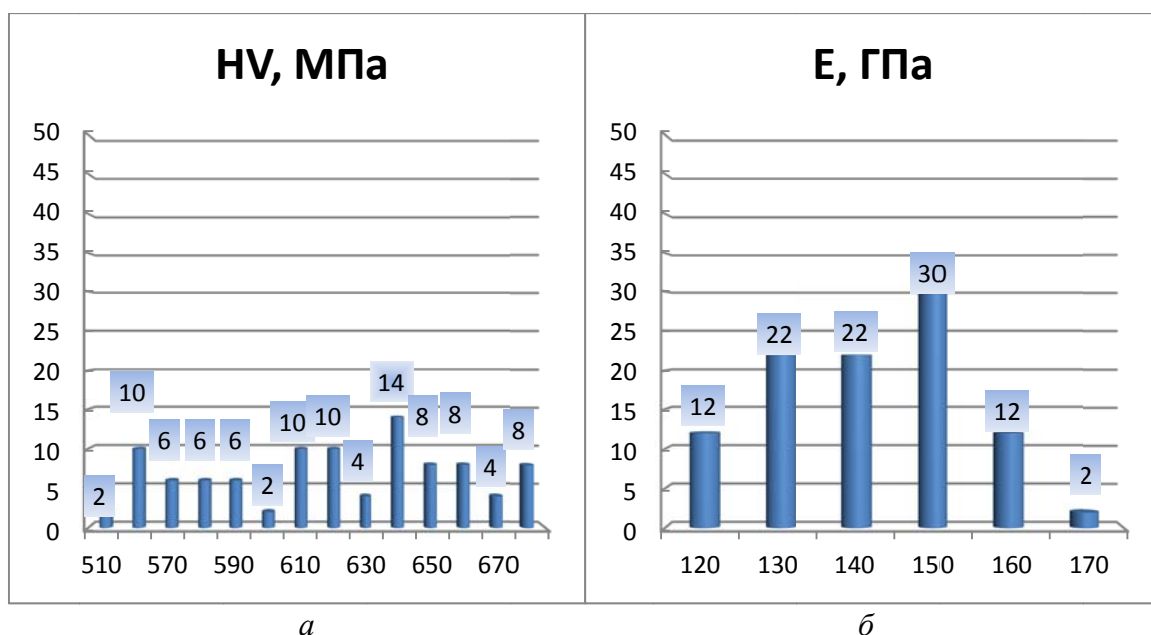


Рис. 2. Гистограммы распределения модуля твёрдости HV(МПа) (а) и Юнга Е(ГПа) (б) для фаз  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$

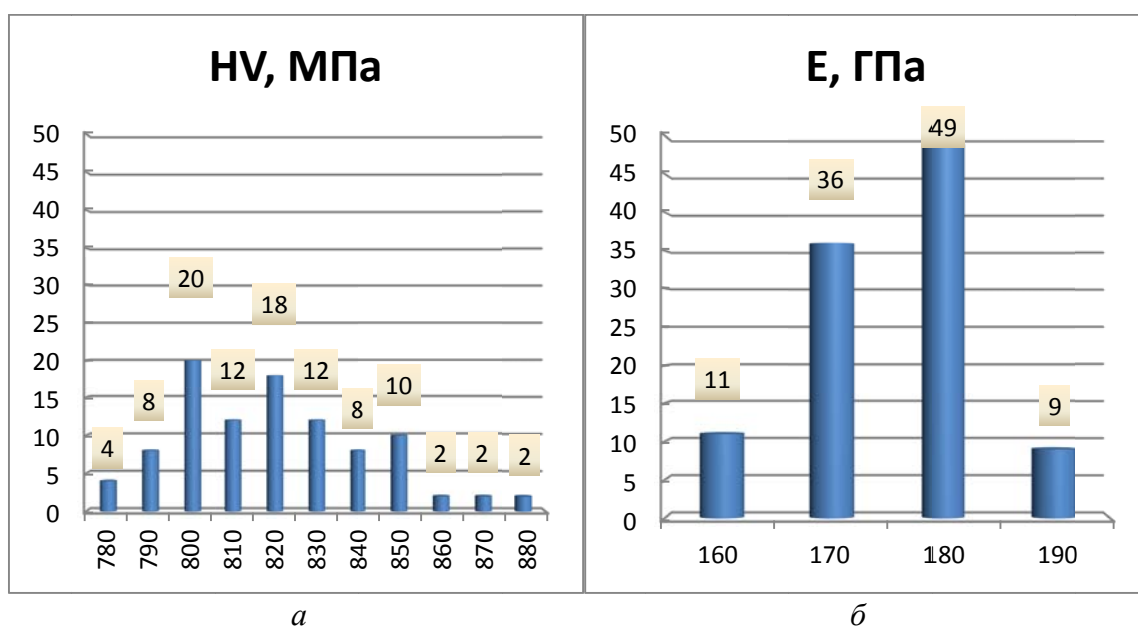


Рис. 3. Гистограммы распределения модуля твёрдости HV(МПа) (а) и Юнга Е(ГПа) (б) для фаз  $\text{SmCo}_5$

Из анализа данных опыта (рис. 2, 3) видно, что наблюдается по одному ярко выраженному пику, соответствующему средним значениям модуля Юнга Е. Такой вид гистограмм Е свидетельствует о перераспределении дефектов кристаллической решетки внутри кристаллитов  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$  и  $\text{SmCo}_5$  в результате спекания и термообработки. Обращает внимание существенное различие случайного разброса значений твёрдости HV (при доверительной вероятности 95 %) для  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$  и  $\text{SmCo}_5$  – в 2 раза, что свидетельствует

о более высокой степени однородности механических свойств для  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$ .

Таблица

Твердость HV(МПа) и модуль Юнга E(ГПа)  $\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$  и  $\text{SmCo}_5$

Фаза	Твердость HV, МПа	Модуль Юнга E, ГПа
$\text{Sm}_2\text{Co}_{17}$	$619 \pm 11$	$141 \pm 3$
$\text{SmCo}_5$	$819 \pm 6$	$175 \pm 2$

## ЛИТЕРАТУРА

1. Стрнат К. Д. Ж. Магниты из сплавов редкоземельных металлов с кобальтом / К. Д. Ж. Стрнат. Москва : Металлургия, 1978. С. 11–33.
2. Головин Ю. И. Наноиндентирование и механические свойства материалов в нанoshкале (обзор) // ФТТ. 2008. Т. 50, № 12. С. 2113–2142.
3. Oliver W. C. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments / W. C. Oliver, G. M. Pharr // J. Mater. Research. 1992. V. 7, № 6. P. 1564–1583.
4. Смирнов С. В. Методика исследования сопротивления деформации на атомно-силовых микроскопах и нанотвердомерах / С. В. Смирнов, Е. О. Экземплярова (Смирнова) // Изв. Вузов. Черная металлургия. 2010. № 1. С. 68–69.
5. Гоголинский К. В. Применение сканирующих зондовых микроскопов и нанотвердомеров для изучения механических свойств твердых материалов на наноуровне / К. В. Гоголинский, Н. А. Львова, А. С. Усеинов // Заводская лаборатория. Диагностика материалов № 6. 2007. Т. 73. С. 28–36.
6. Мильман Ю. В. Энергетическая концепция твердости при инструментальном индентировании / Ю. В. Мильман, К. Э. Гринкевич, Л. В. Мордель // Деформация и разрушение материалов. 2013. № 1. С. 2–9.
7. Чикова О. А. Определение методом наноиндентирования модуля Юнга субмикрокристаллических сплавах В95 и АМц, полученных динамическим прессованием / О. А. Чикова, Е. В. Шишкина, А. Н. Петрова, И. Г. Бродова // Деформация и разрушение. 2013. № 8. С. 43–48.
8. Устойчивость редкоземельных металлов к ударной нагрузке / Г. П. Станолевич [и др.] // Вопросы электромеханики Т. 139. 2014. С. 35–43.
9. ГОСТ 21559–76 Материалы магнитотвёрдые спечённые. Марки. Введ. 1977–07–01. Москва : Издательство стандартов, 1976. 36 с.

**О. В. Якивчук\*, И. Н. Белоконова**

Сибирский федеральный университет, г. Красноярск

\**yakivychuk.olga@yandex.ru*

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук С. Б. Сидельников

## ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ЛИСТОВОГО ПРОКАТА ИЗ СПЛАВОВ СИСТЕМЫ Al–Mg, ЭКОНОМНО ЛЕГИРОВАННЫХ СКАНДИЕМ

В работе представлены результаты исследования структуры и свойств листов, полученных горячей и холодной прокаткой из алюминиевых термически неупрочняемых сплавов на основе системы Al–Mg. Показана возможность получения листового проката из экономно легированных переходными металлами сплавов системы Al–Mg с комплексом механических свойств, превосходящих уровень свойств полуфабрикатов из сплава 5083.

*Ключевые слова:* алюминиевые сплавы, переходные металлы, прокатка, механические свойства, скандий, цирконий, отжиг.

***O. V. Yakivychuk, I. N. Belokonova***

## RESEARCH OF STRUCTURE AND PROPERTIES OF FLAT SHEET ROLLED PRODUCTS FROM ALLOYS OF THE Al–Mg SYSTEM WHICH ECONOMICALLY DOPED BY SCANDIUM

The paper presents the results of studying the structures and properties of sheets obtained by hot and cold rolling from aluminum thermally non-hardening alloys based on the Al–Mg system. The possibility of producing of flat sheets rolled products from alloys of the Al–Mg system which economically doped by transition metals with a complex of mechanical properties that are superior to the level of properties of semi-finished products from alloy 5083 is shown.

*Keywords:* aluminum alloys, transition metals, rolling, mechanical properties, scandium, zirconium, annealing.

Ранее, совместно с сотрудниками ООО «РУСАЛ ИТЦ», были проведены научно-исследовательские работы по созданию экспериментальных алюминиевых сплавов на базе сплава 5083 с различным содержанием легирующих элементов, которые обладали бы более высокими эксплуатационными свойствами. В качестве легирующих элементов использовали: Mg, Cr, Zr, Mn, Fe и Sc, которые оказывают существенное влияние на механические свойства и коррозионную стойкость изделий из них. По результатам многочисленных исследований из литературы известно, что малые добавки скандия значительно

повышают уровень прочности магналиев без снижения технологичности при обработке металлов давлением [1–4]. Однако для достижения такого эффекта содержание скандия в сплаве должно соответствовать 0,2–0,45 %.

Основной задачей исследований было создание сплава с минимально возможным содержанием скандия за счет его замещения комплексным легированием указанных выше элементов для получения требуемого сочетания достаточно высоких прочностных и пластических свойств. Далее разрабатывали технологию обработки таких сплавов с возможностью получения из них полуфабрикатов для нужд авиакосмической, судостроительной и автомобильной промышленности. Исследовали условия литья, режимы горячей и холодной прокатки, а также режимы термической обработки на различных этапах технологического процесса [5, 6].

В качестве объектов исследования в данной работе использовали литые и деформированные полуфабрикаты из сплава 5083 и опытного сплава на его основе с содержанием скандия 0,10–0,14%. От промышленных плоских слитков отрезали темплеты для прокатки размерами 40 × 120 × 200 мм. Литые заготовки подвергали двухступенчатому гомогенизационному отжигу по режиму: 1-я ступень – 350 °С, выдержка 11 часов; 2-я ступень – 425 °С, выдержка 8 часов; охлаждение на воздухе. Поверхности фрезеровали на глубину 1 мм с каждой стороны.

Горячую прокатку гомогенизированных заготовок до толщины 10 и 5 мм проводили на стане ДУО 330 при температуре заготовки 450 °С, с техническими характеристиками, приведенными в таблице.

Таблица

Технические характеристики листопркатного стана ДУО 330

Наименование параметра	Величина
Мощность электродвигателя, кВт	90
Напряжение питания сети трехфазное, В	380
Частота тока, Гц	50
Ширина бочки валков, мм	520
Диаметр валков, мм	330
Максимальный развод валков, мм	70
Частота вращения валков, об/мин	10
Максимальное усилие прокатки, МН	1,55
Максимальный момент прокатки, МН·м	0,82

Далее холодной прокаткой получали полосы толщиной 3 мм и подвергали отжигу при температуре 350 °С и времени выдержки 3 часа. Степень суммарной деформации при горячей прокатке до толщины 10 мм составила 75 % и была равной 80 % при прокатке до толщины 5 мм. Степень суммарной деформации при прокатке до толщины 3 мм составила порядка 95 %.

Металлографический анализ полуфабрикатов показал, что микроструктура гомогенизированных слитков представлена кристаллами  $\alpha$ -твердого раствора и включениями интерметаллидных фаз, расположенных по границам зерен. Данные фазы имеют характерный вид скелетов, прожилок и частиц неправильной формы. Также в структуре присутствуют включения первичных интерметаллидов пластинчатой и разветвленной формы, расположенных, в основном, в центре зерен.

Деформация приводит к искажению кристаллической структуры, происходит рост плотности дислокаций и вакансий. При горячей деформации изменяется тонкая структура, формируются субзерна, что обеспечивает разупрочнение во время обработки. При холодной прокатке полуфабрикатов увеличение степени деформации приводит к их упрочнению и снижению пластичности. Деформированные полуфабрикаты наследуют структуру литого металла. В процессе деформации зерна вытягиваются, включения и раздробленные кристаллы первичных интерметаллидов располагаются в виде строчек вдоль направления деформации (рис. 1, а, б).

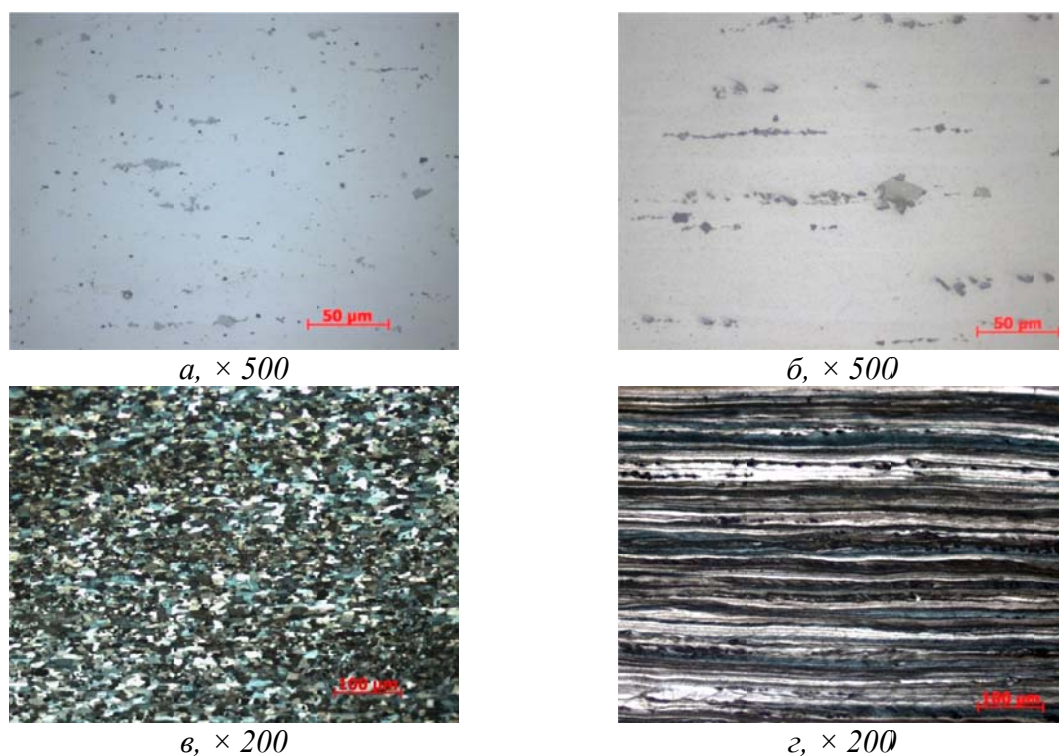


Рис. 1. Микроструктура полуфабрикатов толщиной 3 мм после отжига:  
а, в – сплав 5083; б, г – опытный сплав

Отжиг может приводить к рекристаллизации и дополнительным процессам распада пересыщенного твердого раствора по Mn, Cr, Zr, Sc. Оценку протекания рекристаллизационных процессов после отжига листов толщиной 3 мм проводили на оксидированных образцах. Известно, что при технологических нагревах Al–Mg сплавов, легированных скандием и



цирконием, происходит распад пересыщенного твердого раствора с образованием дисперсных упрочняющих выделений фазы  $\text{Al}_3(\text{Sc,Zr})$ , когерентных решетке алюминия. Данные фазы оказывают значительное упрочняющее действие и повышают температуру рекристаллизации деформированных полуфабрикатов. В соответствии с рисунком 1, в структуре листов из опытного сплава со скандием не обнаружено признаков рекристаллизации (рис. 1, з), в то время как в листах из сплава 5083 рекристаллизация прошла полностью по всему объему (рис. 1, в).

Исследование механических свойств литых, деформированных и отожженных полуфабрикатов проводили методом растяжения в соответствии с ГОСТ 1497–84, результаты приведены на рис. 2.

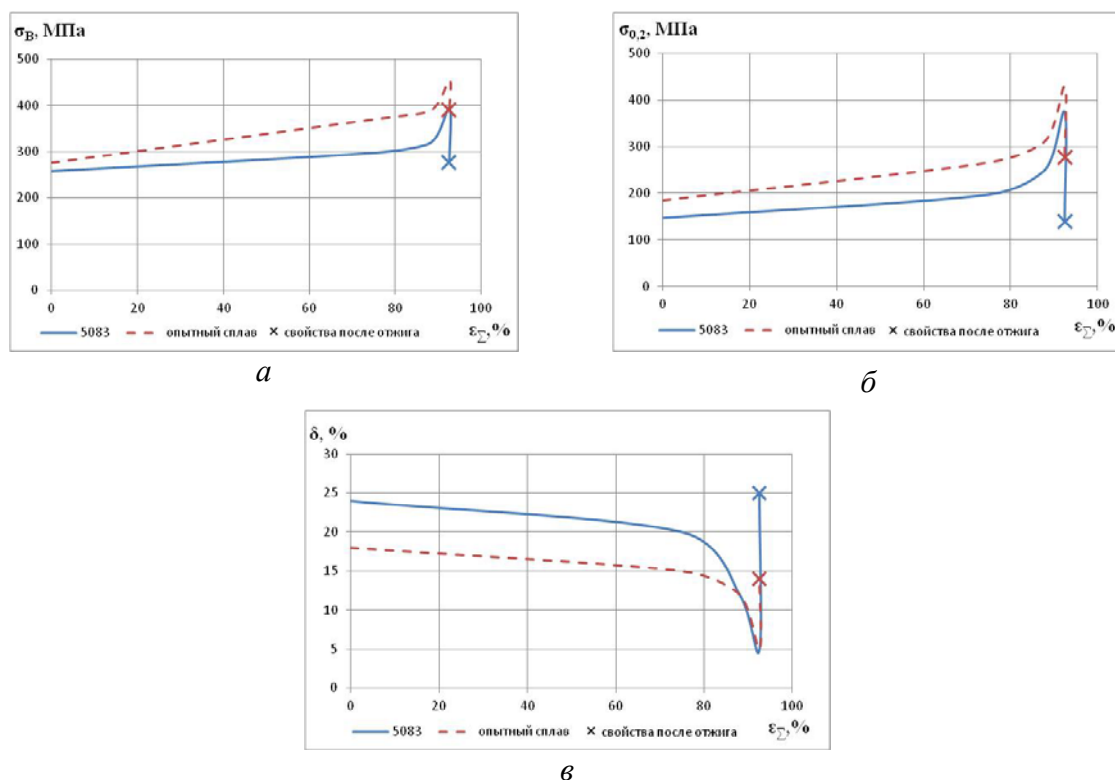


Рис. 2. Влияние суммарной степени деформации и отжига на механические свойства полуфабрикатов: а – временное сопротивление разрыву; б – предел текучести металла; в – относительное удлинение

Прочностные свойства литой заготовки из сплава со скандием превосходят значения свойств заготовки из сплава 5083. С увеличением степени деформации временное сопротивление разрыву и предел текучести металла увеличиваются, а пластичность снижается, что соответствует общим закономерностям пластической деформации. Значения временного сопротивления разрыву и предела текучести металла опытного сплава в 1,3 раза выше, чем для полуфабрикатов их сплава-аналога 5083 (рис. 2, а, б). Анализ изменения величины относительного удлинения показал, что с увеличением степени деформации при прокатке



опытного сплава его величина падает с 18 до 5 %, однако термическая обработка позволяет восстановить пластические свойства до 14 % (рис. 2, в).

В результате проведенных исследований предложены новые сплавы на основе сплава 5083 с содержанием скандия 0,10–0,14%. Разработаны режимы технологической обработки и получения листовых полуфабрикатов из опытных сплавов с более высоким комплексом механических свойств. Изучены закономерности изменения механических свойств и структуры деформированных полуфабрикатов в зависимости от изменения степени деформации и термической обработки. Полученные данные будут использоваться при освоении технологий литья и обработки этих сплавов в промышленных условиях.

*В работе использованы результаты исследований, выполненных в ходе проекта 03.G25.31.0265 «Разработка экономнолегированных высокопрочных Al-Sc сплавов для применения в автомобильном транспорте и судоходстве» в рамках Программы реализации комплексных проектов по созданию высокотехнологичного производства, утвержденных постановлением Правительства РФ № 218 от 9 апреля 2010 г.*

## ЛИТЕРАТУРА

1. Влияние скандия на физико-химические свойства сплава АМг4/ С. Ж. Иброхимов [и др.] // Известия Самарского научного центра Российской академии наук. 2014. Т. 16. № 4. С. 256–260.
2. Филатов Ю. А. Исследование и разработка новых высокопрочных свариваемых сплавов на основе системы Al–Mg–Sc и технологических параметров производства из них деформированных полуфабрикатов Автореферат диссертации на соискание ученой степени д-ра техн. наук / Ю. А. Филатов. Москва : ОАО «ВИЛС», 2000. 50 с.
3. Malopheyev S. Deformation structures and strengthening mechanisms in an Al–Mg–Sc–Zr alloy / S. Malopheyev, V. Kulitskiy, R. Kaibyshev // Journal of Alloys and Compounds. 2017. V. 698. P. 957–966.
4. Effects of homogenization treatments on the microstructure evolution, microhardness and electrical conductivity of dilute Al-Sc-Zr-Er alloys / W. Kang [et al.] // Journal of Alloys and Compounds. 2017. V. 704. P. 683–692.
5. Research of rolling regimes and mechanical properties of cold-rolled, annealed and welded semi-finished products from experimental alloys of Al–Mg system, economically alloyed by scandium / V. N. Baranov [et al.] // Tsvetnye Metally. 2017. № 9. P. 83–88.
6. Handling ability of processing and properties of rolling products of Al–Mg system prudently doped with scandium / Yakiviyuk O. V. [et al.] // Non-ferrous metals and minerals 2016: collection of theses of reports. Krasnoyarsk, 2016. P. 262–263.

УДК 620.22; 621.778; 669.1

**О. В. Якивчук\*, А. П. Самчук, А. В. Дурнопьянов**

Сибирский федеральный университет, г. Красноярск

\**yakivnyuk.olga@yandex.ru*

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук С. Б. Сидельников

## ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ДЛИННОМЕРНЫХ ПОЛУФАБРИКАТОВ ИЗ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ СИСТЕМЫ Al–Mg, ЭКОНОМНО ЛЕГИРОВАННЫХ СКАНДИЕМ

Приведены результаты исследования свойств прутков, полученных совмещенными методами из сплава 1570 и опытного сплава на основе системы Al–Mg с содержанием скандия 0,10–0,14 %. Проанализирована возможность использования прутков в качестве заготовок для изготовления сварочной проволоки. Определены механические свойства листов основного металла и сварных соединений, выполненных аргонодуговой сваркой с использованием полученной проволоки.

*Ключевые слова:* алюминиевые сплавы, переходные металлы, совмещенные методы, литье, прокатка, пруток, сварочная проволока, механические свойства, скандий, цирконий, отжиг.

***O. V. Yakivnyuk, A. P. Samchuk, A. V. Durnopianov***

## INVESTIGATION OF MECHANICAL PROPERTIES OF LONG-LENGTH SEMI-FINISHED PRODUCTS FROM ALLOYS BASED OF THE Al–Mg SYSTEM ECONOMICALLY ALLOWED BY SCANDIUM

The results of a study of the properties of rods obtained by combined methods from alloy 1570 and an experimental alloy based on the Al–Mg system with a scandium content of 0.10–0.14% are presented. The possibility of using rods as billets for manufacturing a welding wire is analyzed. The mechanical properties of the base metal sheets and welded joints made by argon-arc welding using the obtained wire are determined.

*Keywords:* aluminum alloys, transition metals, combined methods, casting, rolling, bar, welding wire, mechanical properties, scandium, zirconium, annealing.

Для интенсивного развития автомобильной отрасли, судостроения и авиастроения возрастает потребность в сварочной проволоке, которая используется для соединения конструкций. Особенно это актуально для судостроения, где листовые заготовки, полученные прокаткой, свариваются для получения деталей больших размеров для изготовления обшивки судов

В качестве материала для сварочной проволоки широко применяются сплавы на основе алюминия, особенно в тех случаях, когда важно снизить массу конструкции за счет применения материала с высокой удельной прочностью.

Наиболее значимыми показателями качества проволоки являются: геометрические характеристики, механические свойства материала, качество поверхности, структура металла, нарушения сплошности при технологических испытаниях, коррозионная стойкость [1–3].

Проволока марки СвАМг5 применяется наиболее часто. В первую очередь она предназначена для сварки алюминиево-магниевого сплава, авиалайнеров, а также для свариваемых тройных сплавов алюминий-цинк-магний. Однако области применения проволоки на основе системы Al–Mg ограничиваются тем, что сварной шов при эксплуатации не должен подвергаться действию температур, превышающих 80 °C [4].

Так как магналии, применяемые для производства сварочной проволоки, являются термически неупрочняемыми, повысить прочностные свойства таких сплавов возможно за счет комплексного легирования переходными металлами (ПМ), в частности скандием и цирконием. Однако достижение высоких прочностных свойств алюминиевых сплавов зачастую идет в ущерб их технологичности и делает малопластичными.

Технология получения готовых изделий, в особенности длинномерных, является многоцикловой, трудоемкой и включает множество промежуточных технологических операций (литье слитков, прессование или прокатку, волочение, термическую обработку). В работах [5, 6] было рассмотрено применение совмещенных методов обработки (объединение процессов литья-кристаллизации-формоизменения в одну непрерывную линию) для малопластичных сплавов. Полученные данным методом полуфабрикаты в виде длинномерных деформированных полуфабрикатов, обладают высокими пластическими свойствами за счет благоприятной схемы всестороннего сжатия при выдавливании и дополнительной знакопеременной деформации. Применение данных методов позволяет повысить производительность и энергоэффективность процесса за счет исключения многочисленных трудоемких операций, сократить производственные площади и повысить выход годного.

Разработка технологии получения проволоки из новых экономно легированных сплавов, имеющих высокие эксплуатационные характеристики и технологичность, позволит не только повысить надежность и ресурс конструкции, но и снизить ее массу и металлоемкость.

Учеными Сибирского федерального университета совместно с сотрудниками ОК РУСАЛ проведен ряд исследовательских и опытно-конструкторских работ [7–9], направленных на разработку новых сплавов системы Al–Mg с различным содержанием скандия, редкоземельных,

переходных металлов и технологий их обработки. В результате для нужд судоходства и автомобилестроения получены плоские деформированные полуфабрикаты из опытных сплавов на основе сплавов 5083 и 1570, комплексно легированных ПМ с целью снижения содержания скандия, при условии сохранения высоких эксплуатационных характеристик.

При сварке конструкций из таких полуфабрикатов очень важен коэффициент прочности сварного шва, который должен быть близок к коэффициенту прочности основного металла (табл. 1).

В качестве заготовок для получения проволоки использовали прутки диаметром 9 мм, полученные методом совмещенного литья, прокатки и прессования (СЛИПП) [6] из опытного сплава, с содержанием скандия 0,10–0,14 % и сплава 1570 с содержанием скандия 0,25 %.

Прочностные свойства полученных прутков сравнивали со значениями аналогичных полуфабрикатов, полученных дискретным прессованием из сплава АМг5 [10], применяемого для получения сварочной проволоки, и сплава 1570 системы Al–Mg–Sc [11], из которого изготавливают подавляющее большинство полуфабрикатов для отраслей транспортного машиностроения (табл. 1).

Таблица 1

Гарантированные прочностные свойства прутков в деформированном состоянии

Марка сплава	Система	Механические свойства			Коэффициент прочности сварного шва, $\sigma_{В\text{ св. шва}} / \sigma_{В}$
		$\sigma_{В}$ , МПа	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\delta$ , %	
АМг5	Al–Mg	265	120	15	0,90–0,95
1570	Al–Mg–Sc	380	245	15	0,85–0,95
1570*		320	284	15	–
Опытный сплав*	Al–Mg+ПМ	315	248	16	–

\* – прутки получены по технологии СЛИПП

Механические свойства прутков, полученных методом СЛИПП, наиболее близки по уровню к свойствам прутка из сплава 1570, полученного традиционным способом. Поэтому для последующего волочения в качестве заготовок использовали прутки, полученные методом СЛИПП. На цепном стане однократного волочения путем последовательных переходов с применением промежуточных отжигов получали проволоку диаметром 3 мм без видимых поверхностных дефектов (табл. 2).

Свойства проволоки, полученной из прутков, изготовленных по технологии СЛИПП, из опытного сплава в деформированном и отожженном состоянии (отжиг при температуре 350–400 °С и времени

выдержки 3 часа) не уступают проволоке из сплава 1570, в котором содержание дорогостоящего скандия больше практически в два раза.

Таблица 2

Прочностные свойства проволоки диаметром 3 мм

Марка сплава	Механические свойства проволоки					
	Деформированная			Отожженная		
	$\sigma_B$ , МПа	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\delta$ , %	$\sigma_B$ , МПа	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\delta$ , %
1570	432	413	3	340	214	18
Опытный сплав	454	429	4	358	241	16

Сварку деформированных листовых полуфабрикатов толщиной 3 мм, полученных горячей и холодной прокаткой из опытных сплавов на более ранних стадиях исследований, проводили методом аргонодуговой сварки с применением неплавящегося электрода и полученной проволоки.

В табл. 3 приведены результаты определения прочностных и пластических свойств образцов из листов основного металла и сварных образцов. Образцы для испытаний из холоднодеформированных и сварных заготовок были ориентированы вдоль направления прокатки и подвергнуты отжигу в течении 3 часов при температуре 350 °С для снятия остаточных напряжений.

Таблица 3

Коэффициент прочности сварного шва и механические свойства основного металла и сварных соединений в отожженном состоянии

Марка сплава	Содержание Sc, масс. %	Механические свойства						Коэффициент прочности сварного шва, $\sigma_{\text{св.шва}}/\sigma_{\text{В}}$
		Листы			Сварной шов			
		$\sigma_{\text{В}}$ , МПа	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\delta$ , %	$\sigma_{\text{В}}$ , МПа	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\delta$ , %	
1570	0,25	445	350	7	380	252	6	0,85
Опытный	0,10–0,14	443	358	9	377	250	6	0,85

Полученные характеристики прочности и пластичности образцов из опытного сплава находятся на уровне свойств сплава 1570. Полученный коэффициент прочности сварного шва 0,85 является достаточным для соединения листовых полуфабрикатов из исследуемых сплавов методом аргонодуговой сварки с использованием в качестве присадочного материала проволоки, полученной из опытного сплава с содержанием скандия 0,10–0,14 %.

Таким образом, введение скандия в количестве 0,10–0,14 в сплав системы Al–Mg обеспечивает высокий уровень механических свойств деформированных полуфабрикатов в виде прессованных прутков и

проволоки, при этом прочность сварного шва по отношению к прочности основного металла составляет 0,85.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ 7871–75 Проволока сварочная из алюминия и алюминиевых сплавов. Технические условия. 14 с.
2. ASTM B211–03 Standard Specification for Aluminum and Aluminum-Alloy Bar, Rod, and Wire. 10 p.
3. Филатов Ю. А. Структура и свойства деформированных полуфабрикатов из алюминиевого сплава 01570С системы Al–Mg–Sc для изделия РКК «Энергия» / Ю. А. Филатов, А. Д. Плотников // Технология легких сплавов. 2011. № 2. С. 15–26.
4. Сварка алюминия и его сплавов [Электронный ресурс] / ООО «МеталлИмпорт» – 2006. Режим доступа: <http://www.silumin.ru/infstsai>.
5. Новые технические и технологические решения при получении прутков из малопластичных сплавов алюминия совмещенными методами / С. Б. Сидельников [и др.] // Сборник трудов III международного конгресса «Цветные металлы –2011». Красноярск, 2011. С. 567–572.
6. Сидельников, С. Б. Комбинированные и совмещенные методы обработки цветных металлов и сплавов: монография / С. Б. Сидельников, Н. Н. Довженко, Н. Н. Загиров. Москва : МАКС Пресс, 2005. 344 с.
7. Handling ability of processing and properties of rolling products of Al–Mg system prudently doped with scandium / O. V. Yakivnyuk [et al.] // Non-ferrous metals and minerals 2016: collection of theses of reports. Krasnoyarsk, 2016. P. 262–263.
8. Research of rolling regimes and mechanical properties of cold-rolled, annealed and welded semi-finished products from experimental alloys of Al–Mg system, economically alloyed by scandium / V. N. Baranov [et al.] // Tsvetnye Metally. 2017. № 9. P. 83–88.
9. Development of methods and equipment for industrial mastering processes of obtaining long semi-finished products from alloys al-rem system using processes of combined machining / D. S. Voroshilov [et al.] // XVIII International scientific conference «New technologies and achievements in metallurgy, materials engineering, production engineering and physics». A collective monograph edited by Jarosław Boryca, Dorota Musiał, Series: Monografie Nr 68, Czestochowa. 2017. P. 290–295.
10. ГОСТ 21488–97 Прутки прессованные из алюминия и алюминиевых сплавов. Технические условия. 29 с.
11. Сплав 1570С – материал для герметичных конструкций перспективных многоразовых изделий РКК «ЭНЕРГИЯ» / А. В. Бронз [и др.] // Космическая техника и технологии. 2007. № 4 (7). С. 62–67.

**А. В. Трибунский**

Самарский национальный исследовательский университет имени академика

С. П. Королева, г. Самара

*tribunsky.alexander@mail.ru*

Научный руководитель – канд. техн. наук, доцент *Е. А. Носова*

**ВЛИЯНИЕ ХИМИЧЕСКИХ ЭЛЕМЕНТОВ (Mn, Mg)  
НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СПЛАВА 3005**

Для оценки влияния химических элементов на механические свойства алюминиевого сплава 3005 проведено изучение изменения его свойств в зависимости от содержания Mn и Mg, также при различных способах термической обработки. Установлено, что металл отожженный в печах имеет лучшие показатели по изгибу при  $\angle 180^\circ$  по сравнению с отожженным на линии непрерывной термообработки. Снижение Mn на 0,05–0,1 % и повышение Mg на 0,05–0,1 % приводит к понижению предела прочности и предела текучести на 15 МПа и росту относительного удлинения на 3,5 %.

*Ключевые слова:* пластические свойства, прочностные свойства, изгиб при  $\angle 180^\circ$ , термическая обработка, относительное удлинение.

**А. V. Tribunskiy**

**EFFECT OF CHEMICAL ELEMENTS (Mn, Mg)  
ON MECHANICAL PROPERTIES OF ALLOY 3005**

Effect of chemical elements on the mechanical properties of aluminum alloy 3005, change in properties was studied depending on the content of Mn and Mg, different methods of annealing. The annealed metal in the furnaces has better bending values of  $\angle 180^\circ$  compared to the line of continuous heat treatment. Decrease in Mn by 0.05–0.1 % and increase in Mg by 0.05–0.1 % reduces the strength by 15 MPa, elongation increases by 3.5 %.

*Keywords:* plastic properties, strength properties, bending at  $\angle 180^\circ$ , heat treatment, elongation.

Целью данной работы является изучение влияние содержания Mn и Mg на Т-изгиб при  $\angle 180^\circ$  (без оправки) алюминиевого сплава 3005.

**1 Предмет исследования**

Для изучения был выбран сплав 3005 с химическим составом по EN 573-3 [1]. Состояние поставки – H26 (3/4 нагартованное). Проанализировав химический состав и полученные механические свойства продукции из

сплава 3005 с 2015 по 2017 год, принято решение снизить содержание Mn на 0,05–0,1 % и повысить содержание Mg на 0,05–0,1 % относительно средних значений.

Химический состав полученных рулонов, а также средние значения процентного содержания компонентов сплава 3005 с 2015–2017 год представлены в табл.1.

Таблица 1

### Химический состав сплава 3005

	Содержание компонентов, %								Примеси, % не более	
	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Каждая	Сумма
Требования по EN 573-3	0,6	0,7	0,3	1,0-1,5	0,2-0,6	0,1	0,25	0,10	0,05	0,15
Средние значения (2015–2017 г.)	0,227	0,39	0,126	1,191	0,337	0,01	0,042	0,021	0,014	0,042
Рулон № 1, 2 (t = 0,25мм) 11403	0,21	0,42	0,1	1,14	0,43	0,01	0,03	0,02	0,0128	0,04
Рулон № 3, 4 (t = 0,25мм) 11407	0,24	0,42	0,09	1,1	0,38	0,01	0,04	0,016	0,0122	0,04
Рулон № 5, 6 (t = 0,33мм) 11408	0,21	0,41	0,09	1,15	0,4	0,01	0,03	0,02	0,0119	0,03
Рулон № 7, 8 (t = 0,33мм) 11539	0,25	0,42	0,11	1,1	0,36	0,01	0,04	0,017	0,0116	0,04

Были отлиты слитки через установку внепечного рафинирования, гомогенизированы при температуре 590°C, с выдержкой в течение 6 часов, после чего подвергнуты горячей прокатке в толщину 3,5 мм и последующей холодной прокатке в рулоны толщиной 0,25 и 0,33мм.

## 2 Термообработка

Отжиг рулонов производили по двум маршрутам: в садочных воздушно-циркуляционных печах отжига с защитной атмосферой и на линии непрерывной термообработки (ЛНТО). Режимы отжига представлены в табл. 2.

Таблица 2

### Режимы отжига

	Толщина ленты, мм	Температура		Скорость движения ленты, м/мин	Время выдержки, ч
		По металлу, °C	По воздуху, °C		
Воздушно-циркуляционные печи	0,25; 0,33	270	310	–	1,5
ЛНТО	0,25	270	310	150	–
	0,33	270	310	120	–



### 3 Испытания на растяжение

Механические свойства, полученные после отжига в печах и ЛНТО представлены в табл. 3.

Таблица 3

Механические свойства

№ партии	Толщина ленты, мм	Место проведения отжига	Предел текучести, Мпа [не менее 175]	Предел прочности, Мпа [195–240]	Относительное удлинение, % [минимум 4,0 %, стремиться к 7,0 %]
Рулон 1	0,25	ЛНТО	184,2	205,8	8,0
Рулон 2	0,25	ЛНТО	182,7	206,2	8,3
Рулон 3	0,25	Печь	175,2	195,2	11,0
Рулон 4	0,25	Печь	175,1	196,3	9,3
Рулон 5	0,33	ЛНТО	189,4	206,7	7,7
Рулон 6	0,33	ЛНТО	188,8	206,5	7,2
Рулон 7	0,33	Печь	182,8	198,2	9,5
Рулон 8	0,33	Печь	183,5	198,5	8,9
Средние значения для сплава 3005			195,9	210,4	6,3

### 4 Испытания на Т-изгиб при $\angle 180^\circ$ (без оправки)

Для испытаний от рулонов отбирались пластинки размером 50 x 200 мм в направлении, поперечном прокату. Перед испытанием производится оценка внешнего вида пластинок: на испытуемых пластинках должны отсутствовать механические повреждения в виде сколов, царапин, трещин.

Пластинка сгибается на  $180^\circ$ , далее зажимается в тиски, так чтобы две стороны изгиба плотно прилегали друг к другу. Образец достают из тисков и производят визуальный осмотр места изгиба.

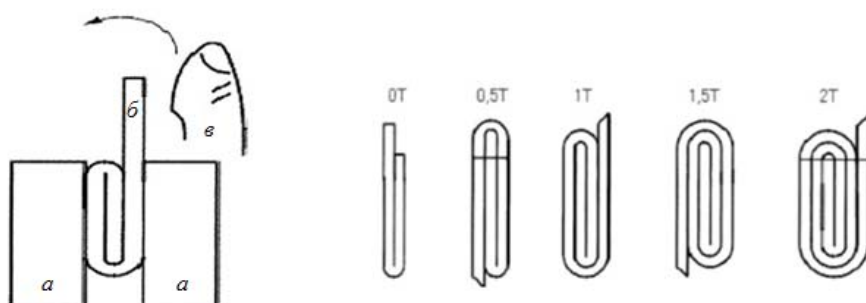


Рис. 1. Испытание на изгиб: а – тиски; б – образец; в – палец

Если в месте изгиба отсутствует дефект «апельсиновая корка», трещины и расслоения металла, образец считается выдержавшим испытания Т0.

Если наблюдается растрескивание и «апельсиновая корка» – испытания продолжают до тех пор, пока поверхность металла в месте изгиба не останется без изменений по сравнению с образцом, не подвергшимся испытаниям.

Осмотр и оценка образцов производится визуально без использования увеличительных приборов.

## 5 Анализ полученных результатов

Для рулонов, отожженных в печах, прочностные и пластические характеристики полученного металла отличаются от средних значений для сплава 3005 для данной позиции:

– для ленты толщиной 0,25 мм предел прочности ниже на 12 МПа, предел текучести ниже на 15 МПа, относительное удлинение выше на 3,7 %;

– для ленты толщиной 0,33 мм предел прочности ниже на 8 МПа, предел текучести ниже на 10 МПа, относительное удлинение выше на 2,5 %.

Металл отожженный в печах имеет несколько лучшие показатели по изгибу при  $\angle 180^\circ$  по сравнению с металлом отожженным на ЛНТО. Фотографии образцов на изгиб представлены на рис. 2.

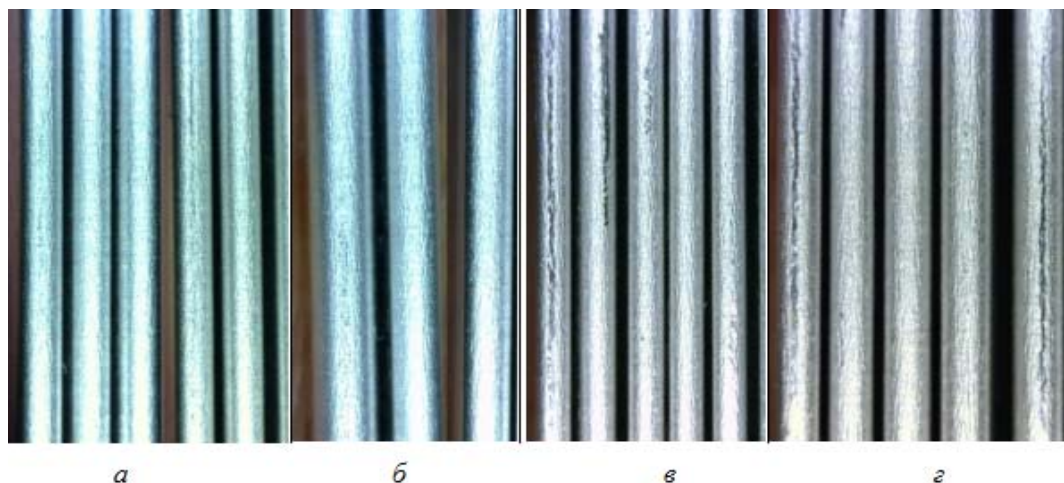


Рис. 2. Фотографии образцов на Т-изгиб: *а* – 0,25мм (печь), *б* – 0,33мм (печь); *в* – 0,25мм ЛНТО), *г* – 0,33мм (ЛНТО)

## ЛИТЕРАТУРА:

1. EN 573-3 Алюминий и алюминиевые сплавы. Химический состав и форма деформированных изделий. Ч. 3. Химический состав и форма изделий. 2009. 8 с.

***Е. С. Ткачёв\*, И. С. Бражников, А. Н. Беляков***

Белгородский государственный университет, г. Белгород

\**Tkachev\_e@bsu.edu.ru*,

Научный руководитель – проф., д-р физ.-мат. наук *Р. О. Кайбышев*

## МИКРОСТРУКТУРА И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА 9%Cr СТАЛИ МАРТЕНСИТНОГО КЛАССА, ЛЕГИРОВАННОЙ ТАНТАЛОМ

В работе исследована микроструктура, и определен комплекс механических свойств стали 0,1C–9Cr–3Co–0,6Mo–1,8W–0,2V–0,06Nb–0,013B–0,007N–0,085Ta после отпуска при температурах 750, 780 и 800 °C в течение 3-х часов. Установлено, что с увеличением температуры отпуска твердость, предел текучести и предел прочности снижаются, при этом наблюдается значительное повышение характеристик вязкости и пластичности. На микроструктурном уровне увеличение температуры отпуска приводит к падению плотности дислокаций и увеличению ширины мартенситных реек и среднего размера частиц вторых фаз.

*Ключевые слова:* сталь мартенситного класса, термическая обработка, механические свойства, просвечивающая электронная микроскопия, дисперсные частицы.

***E. S. Tkachev, I. S. Brazhnikov, A. N. Belyakov***

## MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF TA-ALLOYED 9%CR MARTENSITIC STEEL

The microstructure and mechanical properties of a 0.1C–9Cr–3Co–0.6Mo–1.8W–0.2V–0.06Nb–0.013B–0.007N–0.085Ta steel subjected to tempering at 750, 780 and 800°C for 3h were investigated. An increase in the tempering temperature resulted in a decrease in the hardness, the yield strength and the ultimate tensile strength, while elongation to rupture and impact toughness increased. An increase in the tempering temperature also led to an increase in the particles size and a decrease in the dislocation density.

*Keywords:* 9%Cr martensitic steel, heat treatment, mechanical properties, transmission electron microscopy, second-phase particles.

Высокохромистые стали мартенситного класса принадлежат к важной группе конструкционных материалов, используемых в современных угольных теплоэлектростанциях [1, 2]. Конструкционные элементы, изготавливаемые из сталей данного класса, подвергаются воздействию высоких температур во всем тепловом цикле энергоблоков. В

последние годы повышенное внимание уделяется 9%Cr сталям, в которых повышенное сопротивление ползучести обеспечивается за счет дополнительного легирования бором [3, 4]. Настоящая работа направлена на определение характеристик микроструктуры и установление комплекса механических свойств перспективной 9%Cr стали 0.1C–9Cr–1.8W–0.6Mo–3Co–Nb–V–0,0013B–0,007N–0,085Ta, содержащей тантал.

Экспериментальные образцы исследуемой стали были подвергнуты термической обработке, включающей нормализацию с температуры 1050 °С и последующий отпуск при температурах 750, 780 и 800 °С в течение 3-х часов. Такие значения температуры отпуска близки к стандартным температурам отпуска сталей данного класса и были использованы для установления температуры отпуска, при которой исследуемая сталь обладала бы оптимальным комплексом механических свойств и удовлетворительными микроструктурными характеристиками (тонкую субзеренную структуру и небольшой размер дисперсных частиц). Механические испытания на растяжение были проведены на универсальной машине INSTRON 5882, твердость стали была определена по методу Бринелля, с помощью твердомера Wolpert 3000BLD, испытания на ударную вязкость были проведены на стандартных образцах размерами 10 x 10 x 55 мм с V-образным надрезом на тестовой машине INSTRONIMP460. Микроструктурные исследования были проведены с использованием тонких фольг и экстракционных углеродных реплик на просвечивающем электронном микроскопе JEOL JEM-2100.

Влияние температуры отпуска на твердость и ударную вязкость исследуемой стали при комнатной температуре представлены на рис. 1. Твердость исследуемой стали монотонно снижается с увеличением температуры отпуска, в то время как значение ударной вязкости резко возрастает при увеличении температуры отпуска с 750 °С до 780 °С и остается приблизительно неизменным при дальнейшем увеличении температуры, составляя ~ 200 Дж/см<sup>2</sup>.

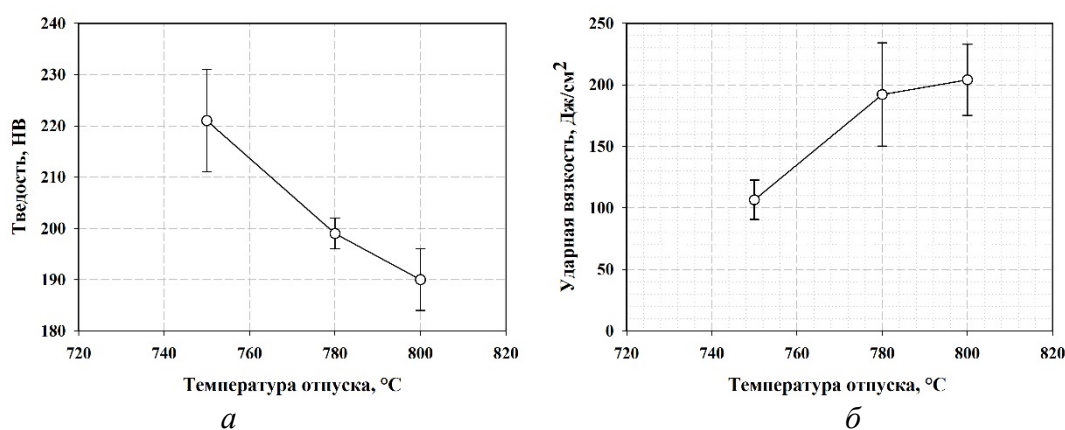


Рис. 1. Механические свойства исследуемой стали после отпуска при различных температурах: *а* – твердость; *б* – ударная вязкость

Зависимости напряжений течения от степени деформации при растяжении (рис. 2) показывают, что увеличение температуры отпуска приводит к монотонному уменьшению характеристик прочности и увеличению пластичности исследуемой стали.

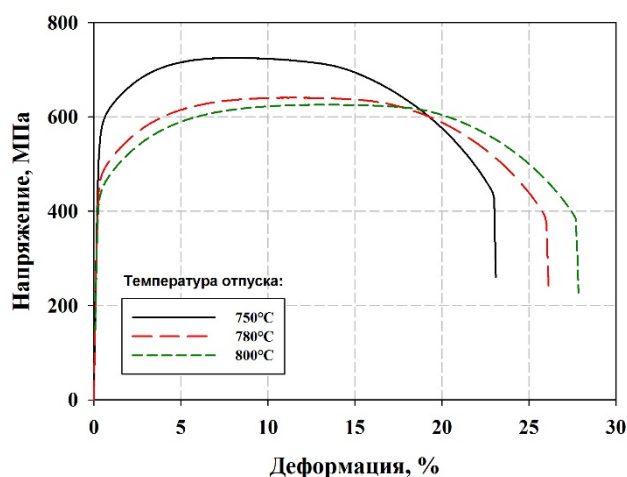


Рис. 2. Зависимость напряжения течения от степени деформации исследуемой стали после отпуска при различных температурах

Механические характеристики, определенные по результатам испытаний на статическое растяжение представлены в табл. 1. После отпуска при температуре 750 °С, предел текучести ( $\sigma_{0,2}$ ), предел прочности ( $\sigma_b$ ) и удлинение до разрушения ( $\delta$ ) составили 585 МПа, 725 МПа, и 21 % соответственно. Увеличение температуры отпуска до 800 °С привело к снижению  $\sigma_{0,2}$  и  $\sigma_b$  до 405 МПа и 630 МПа, а деформация до разрушения увеличилась до 27 %.

Таблица 1

Механические свойства исследуемой стали  
после отпуска при различных температурах

Температура отпуска	750 °С	780 °С	800 °С
$\sigma_{0,2}$ , МПа	585	475	405
$\sigma_b$ , МПа	725	640	630
$\delta$ , %	21	25	27

Исследование микроструктуры стали показало, что увеличение температуры отпуска приводит к увеличению среднего размера субзерен и сопровождается уменьшением плотности дислокаций (табл. 2). Характерные изображения микроструктуры исследуемой стали после отпуска при 750 °С и 800 °С представлены на рис. 3.

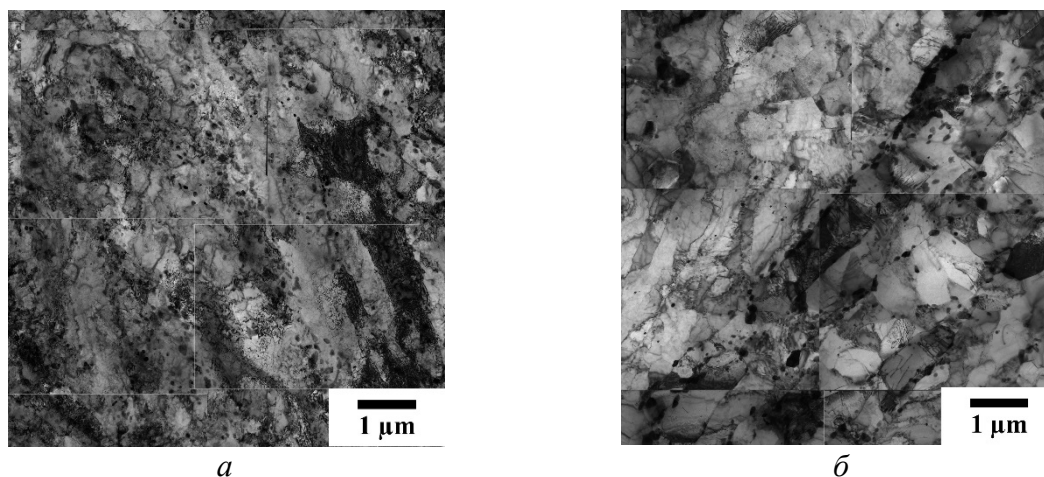


Рис. 3. Микроструктура исследуемой стали после нормализации и отпуска при различных температурах: *а* – 750 °С; *б* – 800 °С

Фазовый анализ дисперсных частиц на углеродных экстракционных репликах с помощью просвечивающего электронного микроскопа показал, что в структуре исследуемой стали после отпуска при всех выбранных температурах присутствуют частицы карбидов типа  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  и карбонитридов  $\text{MX}$  (где  $\text{M}$  – это атомы  $\text{Ta}$ ,  $\text{Nb}$  и  $\text{V}$ , а  $\text{X}$  – атомы  $\text{C}$  и  $\text{N}$ ). С увеличением температуры отпуска происходит увеличение среднего размера частиц вторых фаз (табл. 2).

Таблица 2

Характеристики микроструктуры исследуемой стали после отпуска при различных температурах

Температура отпуска	750 °С	780 °С	800 °С
Плотность дислокаций, $10^{14} \text{ м}^{-2}$	$5,2 \pm 0,4$	$2,0 \pm 0,9$	$1,7 \pm 0,6$
Размер субзерен, мкм	$0,35 \pm 0,05$	$0,45 \pm 0,10$	$0,55 \pm 0,10$
Размер карбидов типа $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ , нм	$70 \pm 10$	$80 \pm 10$	$90 \pm 15$
Размер карбонитридов $(\text{Nb}, \text{Ta}, \text{V})(\text{C}, \text{N})$ , нм	$40 \pm 5$	$45 \pm 10$	$45 \pm 10$

Размеров карбидов типа  $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$  сильнее изменяется при увеличении температуры отпуска по сравнению с карбонитридами  $(\text{Nb}, \text{Ta}, \text{V})(\text{C}, \text{N})$ . Эта особенность типична для сталей данного класса и является следствием того, что частицы карбонитридов  $(\text{Nb}, \text{Ta}, \text{V})(\text{C}, \text{N})$  в этих сталях обладают

большей стойкостью к коагуляции по сравнению с другими частицами [5, 6].

Полученные результаты будут использованы в дальнейшем для анализа механических свойств и микроструктурных изменений исследуемой стали в процессе высокотемпературной ползучести и длительного отжига.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Klueh R. L. Ferritic/martensitic steels for next-generation reactors / R. L. Klueh, A. Nelson // *Journal of Nuclear Materials*. 2007. V. 371. №. 1. P. 37–52.
2. Кайбышев Р. О. Новые стали мартенситного класса для тепловой энергетики. Жаропрочные свойства / Р. О. Кайбышев, В. Н. Скоробогатых, И. А. Щенкова // *ФММ*. 2010. Т. 109. №. 2. С. 200–215.
3. Stabilization of martensitic microstructure in advanced 9Cr steel during creep at high temperature / F. Abe [et al.] // *Materials Science and Engineering: A*. 2004. V. 378. № 1. P. 299–303.
4. Theoretical Investigation of Stabilizing Mechanism by Boron in Body-Centered Cubic Iron Through (Fe, Cr) 23 (C, B) 6 Precipitates / R. Sahara [et al.] // *Metallurgical and Materials Transactions A*. 2016. V. 47. № 5. P. 2487–2497.
5. Dudova N. Effect of tempering on microstructure and mechanical properties of boron containing 10% Cr steel / N. Dudova, R. Mishnev, R. Kaibyshev // *ISIJ international*. 2011. V. 51. № 11. P. 1912–1918.
6. Tempering behavior of a low nitrogen boron-added 9% Cr steel / I. Fedorova [et al.] // *Materials Science and Engineering: A*. 2016. V. 662. P. 443–455.

**А. И. Морозова<sup>\*</sup>, Я. А. Ольховикова**

Белгородский государственный национальный исследовательский университет (НИУ «БелГУ»), г. Белгород

<sup>\*</sup> morozova\_ai@bsu.edu.ru,

Научный руководитель – проф., д-р физ.-мат. наук А. Н. Беляков

## ВЛИЯНИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ РКУП НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА НИЗКОЛЕГИРОВАННОГО CU–CR–ZR СПЛАВА

Изучены механические свойства низколегированной бронзы Cu–0,1%Cr–0,06%Zr (масс.%), подвергнутой термической обработке на получение пересыщенного твердого раствора при температуре 920 °С 1 ч с последующей закалкой в воду и равноканальному угловому прессованию по маршруту В<sub>С</sub> при температурах 20 °С и 400 °С до различных степеней деформации  $\epsilon = 1\text{--}4$ . Исследовано влияние температуры деформации на деформационное поведение, прочностные свойства, пластичность и коэффициент деформационного упрочнения.

*Ключевые слова:* CU–CR–ZR сплав, механические свойства, микроструктура, РКУП, коэффициент деформационного упрочнения.

**A. I. Morozova, Y. A. Olkhovikova**

## EFFECT OF ECAP TEMPERATURE ON MECHANICAL PROPERTIES OF A LOW ALLOYED CU–CR–ZR ALLOY

The mechanical properties of the a alloyed Cu-0.1%Cr-0.06%Zr (wt.%) alloy subjected to a solution treatment at a temperature of 920 °C 1 h followed by water quenching and the subsequent equal channel angular pressing (ECAP) via route B<sub>C</sub> at temperatures of 20 °C and 400 °C to strains of  $\epsilon = 1\text{--}4$  were examined. Effect of the deformation temperature on deformation behavior, strength, plasticity and strain-hardening rate in the low alloyed CU–CR–ZR alloy was investigated.

*Keywords:* CU–CR–ZR alloy, mechanical properties, microstructure, ECAP, strain-hardening rate.

Сплавы системы CU–CR–ZR являются перспективными материалами для электротехнической промышленности благодаря высокой электропроводности [1–2]. Кроме того, в данных материалах удастся достичь высокие прочностные показатели за счет дисперсионного упрочнения и измельчения структуры методами интенсивной пластической деформации, в частности, равноканальным угловым прессованием (РКУП) [2]. Важным параметром данного процесса является температура прессования, изменение которой влияет на формирующуюся



структуру, и, следовательно, на механические свойства сплава. Поэтому целью данной работы было изучение влияния температуры деформации на механические свойства, деформационное поведение и деформационное упрочнение низколегированной CU–CR–ZR бронзы.

В качестве материала исследования был выбран медный сплав CU–CR–ZR (Cu–0,1%Cr–0,06%Zr, масс. %), который был подвергнут РКУП по маршруту В<sub>С</sub> при температурах 20 °С и 400 °С до степеней деформации  $\epsilon \sim 1; 2; 4$ . Перед деформацией сплав был обработан на получение пересыщенного твердого раствора при температуре 920 °С в течении 1 ч с последующей закалкой в воду. Для анализа механических свойств были проведены испытания на одноосное растяжение на машине Instron 5882 при комнатной температуре с начальной скоростью деформации  $2 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ .

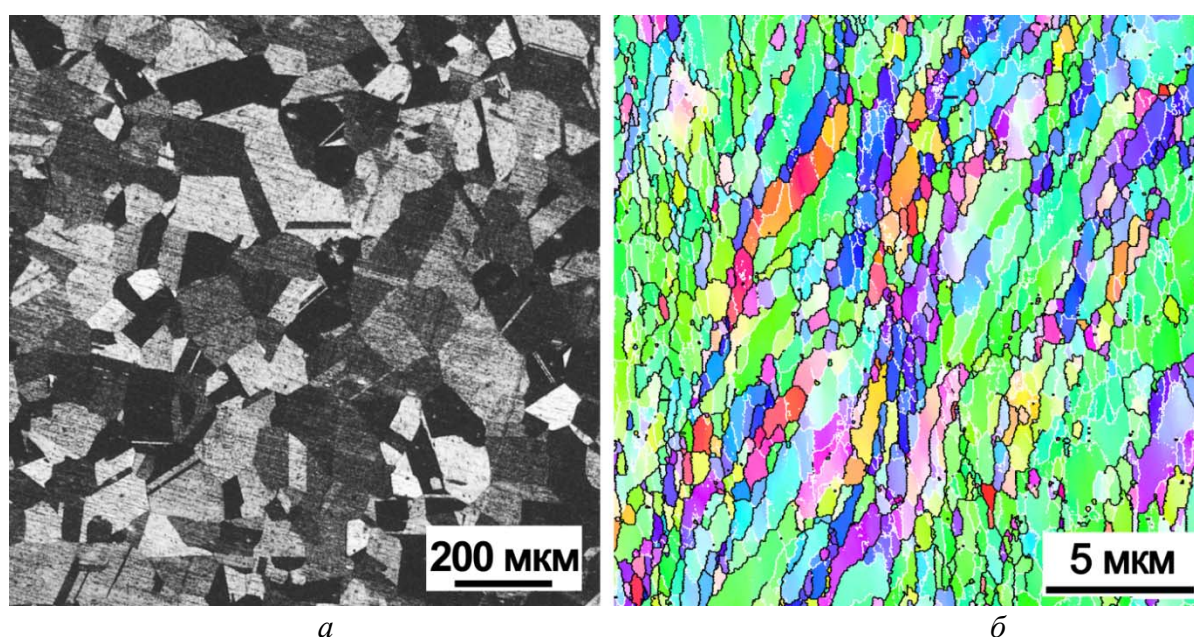


Рис. 1. Микроструктура сплава Cu–0,1%Cr–0,06%Zr после закалки (а) и после РКУП при температуре 400 °С до истинной деформации  $\epsilon = 12$  (б)

Микроструктура низколегированной CU–CR–ZR бронзы в исходном закаленном состоянии и после РКУП при температуре 400 °С до истинной степени деформации  $\epsilon = 12$  представлена на рис. 1. Исходное закаленное состояние представлено крупными зернами средним размером 100 мкм. Зерна разделены двойниками отжига. Плотность дислокаций в исходном состоянии составляет  $3 \times 10^{12} \text{ м}^{-2}$ . Интенсивная пластическая деформация сопровождается значительными изменениями в структуре. Уже после первого прохода РКУП увеличивается плотность дислокаций, формируются малоугловые границы дислокационного происхождения, исходные зерна вытягиваются в направлении течения металла. Увеличение степени деформации приводит к росту разориентировок деформационно-индуцированных малоугловых границ с их последующей трансформацией

в большеугловые. Данный процесс сопровождается формированием деформационных полос – длинных параллельных большеугловых границ, пространство между которыми разбито поперечными малоугловыми границами. Постепенно формируются новые зерна, размером менее 1 мкм, при этом доля субмикроструктурной структуры возрастает с увеличением степени деформации. Так, после степени деформации  $\epsilon = 4$  доля субмикроструктурной структуры составляет 30–40 %. Как видно из рис. 2, б, деформация методом РКУП приводит к формированию бимодальной структуры – наряду с областями с ультрамелкими зёрнами существуют обширные области, в которых преобладают малоугловые границы.

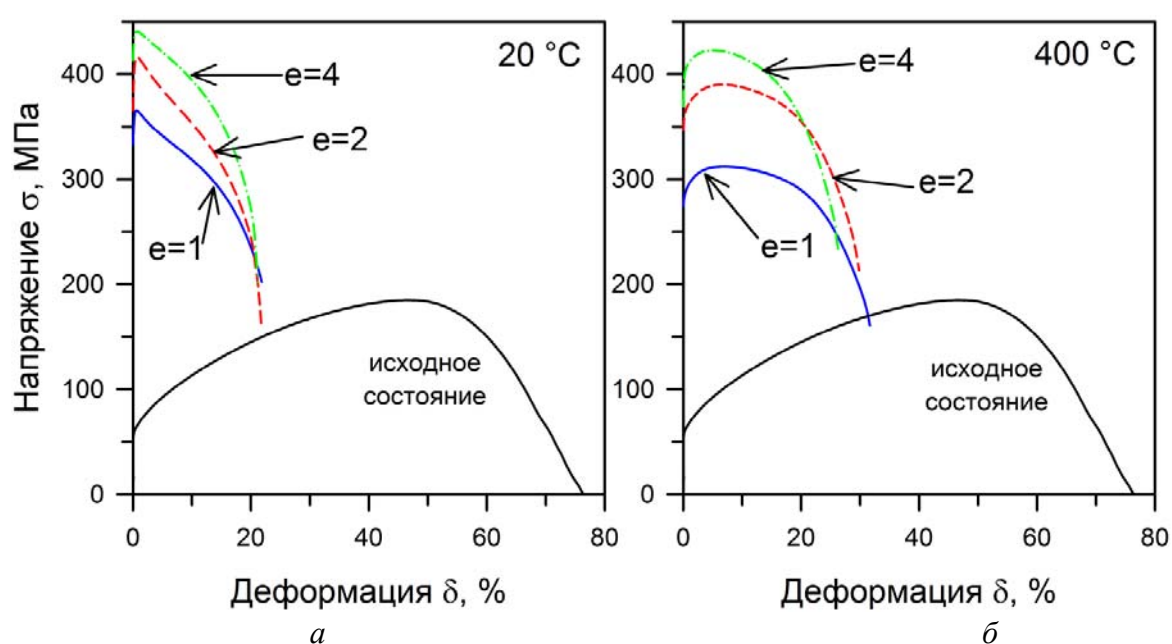


Рис. 2. Кривые напряжение–деформация для сплава Cu–0,1%Cr–0,06%Zr после РКУП при температуре 20 °C (а) и 400 °C (б) до различных степеней деформации  $\epsilon = 1–4$

Микроструктурные изменения влияют на прочностных свойствах CU–CR–ZR сплава. На рис. 2 приведены кривые напряжение-деформация для Cu–0,1%Cr–0,06%Zr сплава, подвергнутого равноканальному угловому прессованию при различных температурах. В исходном состоянии (после обработки на твердый раствор) кривая течения характеризуется продолжительной стадией деформационного упрочнения. Деформационное поведение материала после РКУП сильно зависит от температуры деформации, тогда как степень деформации не оказывает сильного влияния на общий вид диаграммы деформации. В сплаве, подверженном РКУП при температуре 20 °C, максимальное напряжение достигается уже после относительного малого удлинения 0,5–1 % вне зависимости от степени деформации. Затем происходит резкое падение напряжения течения. Данный факт свидетельствует о быстрой локализации

деформации и образовании шейки практически сразу после окончания упругой деформации. При дальнейшей деформации вклад в прирост напряжений течения от деформационного упрочнения не столь велик, как эффект уменьшения площади сечения образца, поэтому на диаграмме напряжение-деформация наблюдается спад. Деформация при повышенных температурах (400 °С) характеризуется относительно продолжительной стадией деформационного упрочнения (~ 5 %). С увеличением степени деформации стадия деформационного упрочнения сокращается.

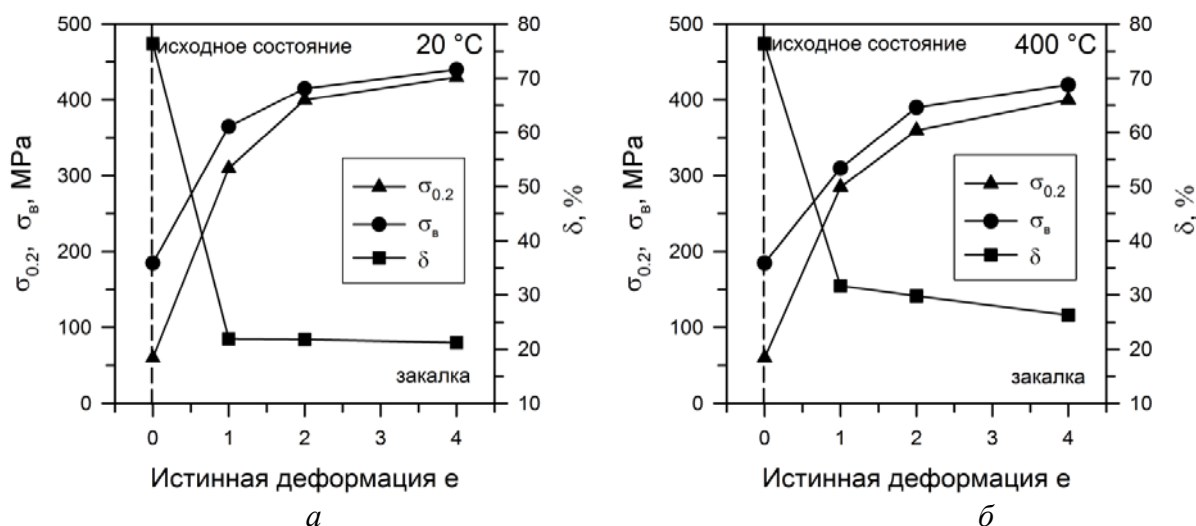


Рис. 3. Изменение предела текучести  $\sigma_{0.2}$ , предела прочности  $\sigma_B$  и относительного удлинения  $\delta$  сплава Cu-0,1%Cr-0,06%Zr в зависимости от степени деформации РКУП при температурах 20 °С (а) и 400 °С (б)

Изменение предела текучести ( $\sigma_{0.2}$ ), предела прочности ( $\sigma_B$ ) и относительного удлинения ( $\delta$ ) после РКУП в зависимости от температуры обработки представлено на рисунке 3. РКУП приводит к резкому росту прочностных свойств уже после 1-го прохода. Отметим, что прочностные свойства выше в сплаве, деформированном при температуре 20 °С, при этом с увеличением степени деформации этот эффект снижается. Предел текучести в закаленном сплаве после 4х проходов РКУП при температуре 20 °С составляет 430 МПа, а при температуре 400 °С – 400 МПа. Упрочнение медного сплава сопровождается падением пластичности. При этом снижение пластичности ярче выражено в сплаве, подвергнутом РКУП при комнатной температуре. Деформация при температуре 20 °С приводит к резкому падению относительного удлинения сразу после первого прохода до 22 %. С увеличением степени деформации пластичность практически не изменяется, и после 4х проходов РКУП относительное удлинение составляет 21 %. Напротив, деформация при повышенной температуре сопровождается постепенным снижением значений относительного удлинения с ростом степени деформации, так, после 1-го прохода РКУП пластичность составляет 32 %, а после 4-х – 26 %.

Таким образом, интенсивная пластическая деформация методом РКУП приводит к существенным изменениям механических свойств низколегированной  $\text{Cu-Cr-Zr}$  бронзы. Изменение температуры деформации влияет на деформационное поведение сплава и уровень механических свойств. Снижение температуры деформации приводит к увеличению прочностных характеристик и снижению пластических. Максимальная прочность была достигнута в сплаве, подвергнутом РКУП при комнатной температуре до истинной степени деформации  $\epsilon = 2$ , предел текучести после данной обработки составил 430 МПа при относительном удлинении 21 %.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Министерства Образования и Науки РФ (грант № 14.575.21.0135, идентификационный номер RFMEFI517X0135) с использованием оборудования ЦКП «Технологии и Материалы» НИУ «БелГУ».*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Correia J. B. Strengthening in rapidly solidified age hardened Cu- Cr and Cu- Cr- Zr alloys / J. B. Correia, H. A. Davies, C.M. Sellars. ActaMaterialia. 1997. V. 45. № 1. P. 177–190.
2. Morozova A. Grain refinement and strengthening of a Cu–0.1 Cr–0.06 Zr alloy subjected to equal channel angular pressing / A. Morozova, R. Kaibyshev // Philosophical Magazine. 2017. V. 97. № 24. P. 2053–2076.

***Е. С. Алиева***

Екатеринбургский филиал ОАО «Российский научно-исследовательский институт трубной промышленности», г. Екатеринбург

*SharahaES@sinara-group.com*

Научный руководитель – канд. техн. наук *С. М. Битюков*

## ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ И КОРРОЗИОННОЙ СТОЙКОСТИ НАСОСНО-КОМПРЕССОРНЫХ ТРУБ ИЗ СТАЛИ С ФЕРРИТО-ПЕРЛИТНОЙ СТРУКТУРОЙ

Проведены исследования механических свойств и стойкости к углекислотной коррозии образцов насосно-компрессорных труб из стали 35ХГФ с феррито-перлитной структурой. Определены границы применения стали с феррито-перлитной структурой в зависимости от агрессивности среды.

*Ключевые слова:* диоксид углерода, закалка, коррозионные испытания, механические свойства, микроструктура, насосно-компрессорные трубы, нормализация, отпуск, сероводород, скорость коррозии, термическая обработка, стойкость к углекислотной коррозии.

***Е. S. Alieva***

## INVESTIGATION OF MECHANICAL PROPERTIES AND CORROSION RESISTANCE OF TUBING WITH FERRITO-PERLITE STRUCTURE

The carried out researches of mechanical properties and resistance to carbon dioxide corrosion of samples of tubing from steel with ferrite-pearlitic mine. The boundaries of the use of steel with a ferrite-pearlite operation are determined depending on the aggressiveness of the medium.

*Keywords:* carbon dioxide, quenching, corrosion tests, mechanical properties, microstructure, tubing, normalization, tempering, hydrogen sulphide, corrosion rate, heat treatment, resistance to carbon dioxide corrosion.

Коррозия является одним из основных факторов, ограничивающих срок эксплуатации труб, предназначенных для нефтяной и газовой промышленности. Для повышения коррозионной стойкости в средах, содержащих диоксид углерода (CO<sub>2</sub>), сталь легируют 13 % хрома, который позволяет получить плотную поверхностную пленку окислов, защищающую металл от дальнейшего химического взаимодействия с агрессивной средой. Однако имеется целый ряд месторождений с

ограниченным содержанием диоксида углерода, где применение сталей типа 13Cr экономически невыгодно.

Известна [1] положительная практика применения зарубежных насосно-компрессорных труб (далее НКТ) из стали с феррито-перлитной структурой для месторождений, осложнённых углекислотной коррозией, с ограниченным содержанием диоксида углерода (парциальное давление  $P_{CO_2}$  не более 0,01 МПа). Согласно [2], устойчивость стали с феррито-перлитной структурой к углекислотной коррозии, может быть связана с присутствием пластинчатого цементита в микроструктуре. Между пластинами цементита возникает локальная концентрации ионов  $Fe^{2+}$ , которая приводит к образованию пленки карбоната железа  $FeCO_3$ . При этом пластинчатый цементит, в силу своей морфологии, помогает этой защитной пленке закрепиться на поверхности. В сталях со структурой сорбита отпуска продукты коррозии частично отслаиваются, так как не имеют «поверхностей закрепления», как у стали с феррито-перлитной структурой.

Цель данного исследования – проведение испытаний образцов НКТ из сталей с феррито-перлитной структурой на стойкость к углекислотной коррозии и изучение механических свойств, исследуемых марок стали.

Материалом для исследования были образцы НКТ размером  $73,02 \times 5,51$  мм и муфтовых заготовок размером  $88,9 \times 13,0$  мм стали марки 35ХГФ.

Трубы из стали с феррито-перлитной структурой получают способом простой термической обработки – нормализация, в том числе с прокатного нагрева, что делает их экономически привлекательными, по сравнению с НКТ мартенситного класса типа 13Cr.

Механические свойства НКТ и муфтовых заготовок марки 35ХГФ после различных режимов термической обработки приведены на рис. 1.

За счет термической обработки, необходимой для получения феррито-перлитной структуры (горячекатаное состояние или нормализация с отдельного нагрева в термопечах), обеспечивает получение прочностных свойств, соответствующих группе прочности N80 тип 1 по ГОСТ Р 53366 [3], которая является в настоящее время наиболее востребованной у потребителей НКТ.

Испытания на ударный изгиб, которые проводили на образцах с V-образным надрезом при температурах 0 и минус 20 °С, показали, что вязкопластические свойства данной стали в горячекатаном состоянии (режимы 1 и 4) весьма низкие. Значения работы удара (рис. 2, з) значительно увеличиваются, по сравнению с горячекатаным и высокоотпущенным (режимы 2) состояниями, после термической обработки по режиму нормализация + отпуск (режимы 3 и 5).



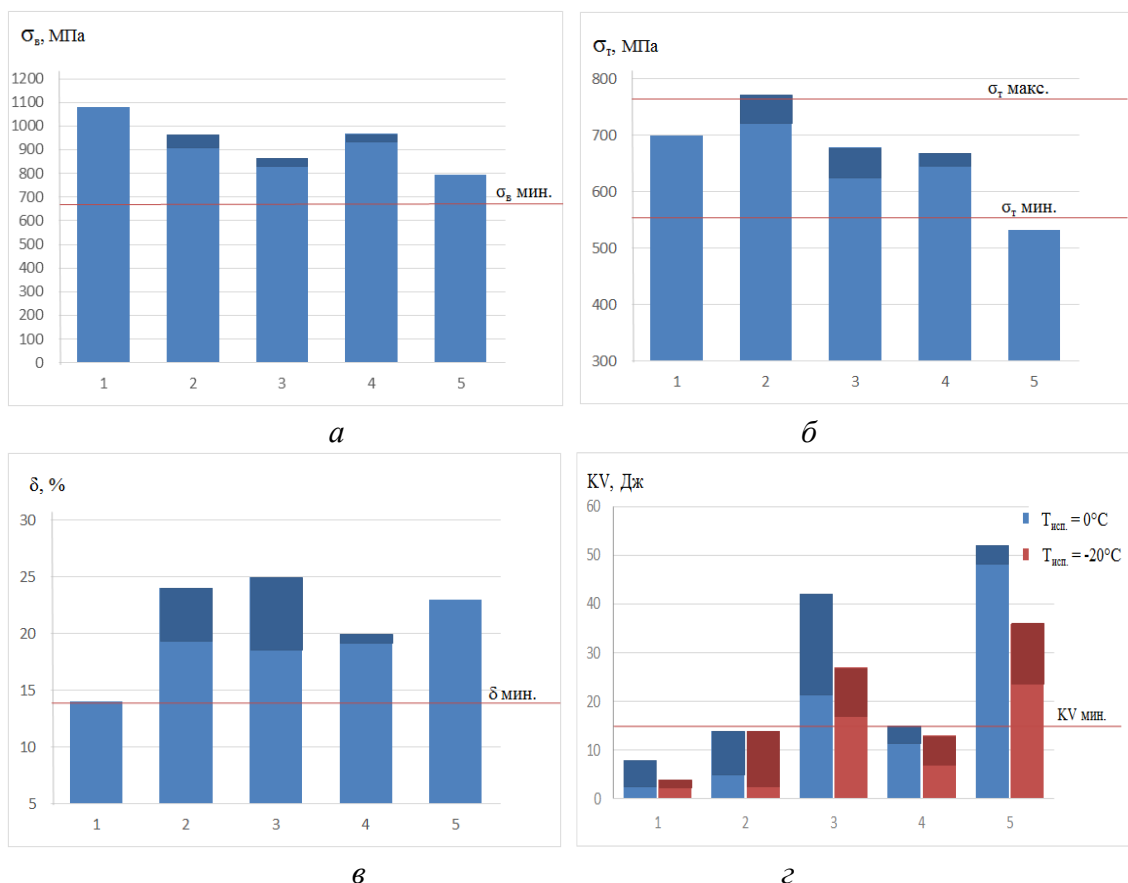


Рис. 1. Механические свойства НКТ размером  $73,02 \times 5,51$  мм (режимы 1–3) и муфтовой заготовки размером  $88,9 \times 13,0$  мм (режимы 4–5) после обработки на группу прочности N80 тип 1: 1, 4 – горячекатаное состояние; 2 – отпуск  $700^\circ\text{C}$ ; 3 – нормализация  $910^\circ\text{C}$  + отпуск  $700^\circ\text{C}$ ; 5 – нормализация  $910^\circ\text{C}$  + отпуск  $720^\circ\text{C}$ .  
*а* – предел прочности; *б* – предел текучести; *в* – относительное удлинение;  
*г* – ударная вязкость KV

Автоклавные испытания на стойкость к углекислотной коррозии проводили по ГОСТ Р 9.905 [4] при следующих условиях:

- минерализация NaCl 50 г/л;
- скорость потока 1 м/с;
- $\text{pH} = 4,0\text{--}5,5$ ;
- парциальное давление  $P_{\text{CO}_2} = 0,005$  и  $0,01$  МПа;
- общее давление  $P_{\text{общ.}} = 3$  и  $9$  МПа;
- температура  $90^\circ\text{C}$ ;
- длительность 120 ч.

Требования стойкости к углекислотной коррозии регламентируются ТУ 14–161–173 [5], согласно которым максимально допустимая скорость коррозии должна быть не более  $0,5$  мм/год. Полученные результаты приведены на рис. 2.

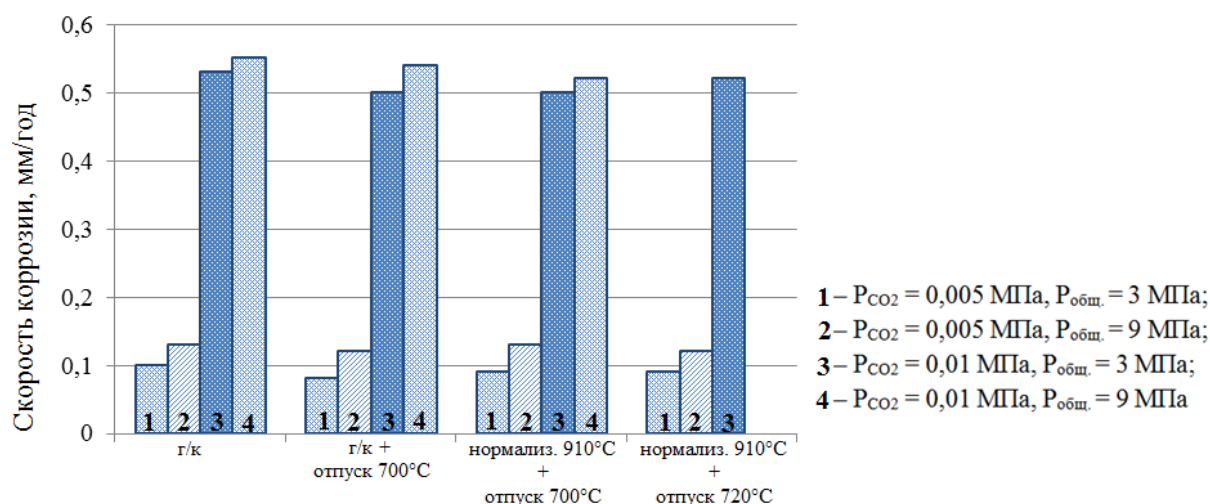


Рис. 2. Результаты коррозионных испытаний образцов из стали марки 35ХГФ после различных режимов термической обработки

При парциальном давлении  $P_{CO_2}$ , равном 0,005 МПа, образцы с феррито-перлитной структурой показали высокую коррозионную стойкость при общем давлении  $P_{общ.}$  от 3 до 9 МПа. Скорость коррозии практически не зависит от режима их окончательной обработки.

С повышением парциального давления диоксида углерода до 0,01 МПа, скорость коррозии достигает гранично-допустимых значений (не более 0,50 мм/год) при общем давлении  $P_{общ.}$  равном 3 и 9 МПа

После лабораторной термической обработки удовлетворительные результаты на стойкость к СРН были получены только для закаленных и отпущенных образцов муфтовых заготовок, размером  $88,9 \times 13,0$  мм.

Недостатком стали с феррито-перлитной структурой является то, что она является не стойкой к сульфидному растрескиванию под напряжением (далее СРН) в средах, содержащих сероводород. Стойкость к СРН обеспечивается за счет получения структуры сорбита отпуска после применения термической обработки по режиму закалка + высокий отпуск, как и предусмотрено стандартом ГОСТ Р 53366 [3].

## ВЫВОДЫ

1. Применение стали марки 35ХГФ с феррито-перлитной структурой обеспечивает получение механических свойств, соответствующие группе прочности N80 тип 1 по ГОСТ Р 53366.

2. За счет термической обработки по режиму нормализация и высокий отпуск получено значительное повышение вязко-пластических свойств по сравнению с горячекатаным состоянием.

3. Установлена граница применения НКТ из стали 35ХГФ по коррозионной стойкости в средах содержащих диоксид углерода:



парциальное давление  $P_{\text{CO}_2}$  не более 0,005 МПа; общее давление  $P_{\text{общ.}}$  не более 9 МПа; показатель pH 4,0–5,5; температура 90 °С.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Афанасьев А. В. Сравнительный анализ использования различных НКТ / А. В. Афанасьев // Инженерная практика. 2012. № 4. С. 6–16.
2. Ueda M. Effect of Environmental Factor and Microstructure on Morphology of Corrosion Products in CO<sub>2</sub> Environments / M. Ueda, H. Takabe // CORROSION'99. 1999, № 13. P. 15.
3. ГОСТ Р 53366–2009 Трубы стальные, применяемые в качестве обсадных или насосно-компрессорных труб для скважин в нефтяной и газовой промышленности. Общие технические условия. 195 с.
4. ГОСТ Р 9.905–2007 Методы коррозионных испытаний. Общие требования. 20 с.
5. ТУ 14–161–173–97 Трубы насосно-компрессорные и муфты к ним повышенной хладостойкости и коррозионной стойкости для меторождений ОАО «Сургутнефтегаз». 7 с.

УДК 621.7

**Д. Н. Первухина\***

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

\**da.babailova@mail.ru*

Научные руководители – проф., д-р техн. наук *Ю. Н. Логинов*

доц., канд. техн. наук *Н. А. Бабайлов*

## ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ ВАРИАНТ КОМПАКТИРОВАНИЯ ТИТАНОВОЙ ГУБКИ ПОД ВАКУУМНО-ДУГОВОЙ ПЕРЕПЛАВ

Предложено изменить метод введения мелких фракций титановой губки при формировании титанового электрода, предназначенного для вакуумно-дугового переплава. Для этого из мелких частиц вначале получить брикеты методом валкового брикетирования.

*Ключевые слова:* титановая губка, экструзия, электрод, брикетирование, валковый пресс.

**D. N. Pervukhina**

## THE TECHNOLOGICAL CHOICE OF THE TITANIUM SPONGE COMPACTING FOR THE VACUUM-ARC REMELTING

To change the method of introducing fine particles of titanium sponge when shaping titanium electrode for vacuum-arc remelting offered. To do this, small particles must first obtain briquettes by the method of roller briquetting.

*Keywords:* titanium sponge, extrusion, electrode, briquetting, roll press.

Основным сырьем для производства изделий из титана и его сплавов является титановая губка. По установившейся технологии титановую губку смешивают с лигатурой и отходами титанового производства, полученную смесь прессуют на прессах по принципу экструзии с получением электрода для последующего вакуумно-дугового переплава. Изготовление электродов производится на вертикальных гидравлических прессах усилием 100000 кН методом полунепрерывного порционного прессования в конусную проходную матрицу. Применение подогрева шихты позволяет снизить сопротивление деформации материала [1]. Прессы оснащены устройствами для автоматического дозирования шихтовых материалов и магнитными ловушками на вибрационном питателе. В некоторых вариантах производства мелкую фракцию размерами менее 2 мм во избежание ее потерь вводят при прессовании расходуемого электрода завернутой в мягкую алюминиевую ленту. Тем

самым технология производства усложняется. Более целесообразным вариантом утилизации мелких фракций титановой губки явилось бы укрупнение сыпучей среды до кусков приемлемого размера с использованием, например, брикетировочного оборудования. Уплотненные брикеты, обладая нужным уровнем прочности, могли бы выполнять роль крупных кусков губки, а формование из них титанового электрода происходило бы по унифицированной технологии. Кроме того, при оптимальной форме брикетов можно было надеяться на снижение вероятности появления трещин на боковой поверхности электродов [2].

Наиболее производительным методом получения брикетов является валковое брикетирование [3, 4], которое можно было бы применить в данном случае. Отечественной промышленностью разработана гамма прессов, предназначенных для этих целей.

В качестве примера на рис. 1 приведен внешний вид брикетировочного пресса российского производства фирмы ЗАО «СПАЙДЕРМАШ» с видом на рабочий валок.

Прессы брикетировочные валковые серии ПБВ конструкции ЗАО «СПАЙДЕРМАШ» разделяются на виды по типу прижима (гидравлический или механический), по усилию прижима рабочих валков пресса (от 1000 до 4000 кН), по диаметру валков (от 200 до 2000 мм), по наличию или отсутствию подпрессовщика.

Применительно к формованию брикетов из отсева титановой губки необходимо решить следующие задачи:

1. Подобрать конструкцию пресса по параметру производительности
2. Установить необходимый диаметр валков, исходя из предполагаемой крупности получаемых брикетов
3. Установить возможность применения или неприменения связующих веществ
4. Определить необходимость подогрева титановой губки
5. Установить необходимость применения подпрессовщика
6. Провести опытные испытания на одном из промышленных прессов
7. Применить брикеты при прессовании титанового электрода и сделать заключение о пригодности технологии.

Параллельно с этой работой можно также рассмотреть вопрос о введении в шихту для валкового брикетирования легирующих добавок в виде порошков и гранул. Дополнительно предлагается применить приемы обработки стружковых отходов как титанового производства, так и предприятий, создающих собственные сыпучие отходы [5]. Для лучшего схватывания частиц шихты можно применить прием повышения сдвиговых деформаций при несимметричном воздействии ячеек валков на уплотняемый материал [6].

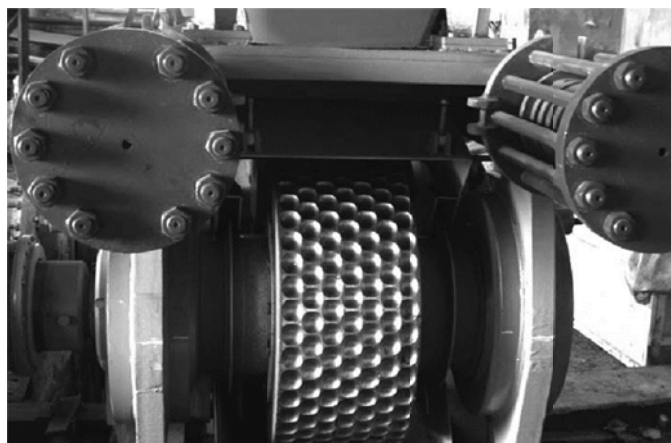


Рис. 1. Внешний вид брикетировочного пресса ПБВ-700/400-200 производства ЗАО «СПАЙДЕРМАШ» с видом на рабочий валок

## ЛИТЕРАТУРА

1. Логинов Ю. Н. Влияние температуры и скорости деформации на упрочнение титановой губки / Ю. Н. Логинов, А. И. Потапов, Н. А. Шалаев // Титан. 2012. № 3 (37). С. 36–42.
2. Логинов Ю. Н., Сокращение образования трещин на поверхности расходуемых титановых электродов / Ю. Н. Логинов, В. В. Карсаков, Б.Е. Хайкин // Технология легких сплавов. 1984. № 6. С. 62–64.
3. Логинов Ю. Н. Объемные деформации при валковом брикетировании отходов металлургического производства / Ю. Н. Логинов, Н. А. Бабайлов, С. П. Буркин // Металлы. 2000. № 1. С. 48–52.
4. Логинов Ю. Н. Влияние формы инструмента на граничные условия и уплотнение при валковом брикетировании / Ю. Н. Логинов, С. П. Буркин, Н. А. Бабайлов // Сталь. 2000. № 9. С. 87–90.
5. Загиров Н. Н. Технологические основы получения материалов и изделий из сыпучих стружковых отходов меди и ее сплавов методами обработки давлением: монограф. / Н. Н. Загиров, Ю. Н. Логинов. Красноярск : Сиб. федер. ун-т, 2015. 171 с.
6. Логинов Ю. Н. Физическое моделирование валкового прессования при несимметричном воздействии на уплотняемый материал / Ю. Н. Логинов, Н. А. Бабайлов, Д. Н. Первухина // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. 2015. Т. 58, № 3. С. 186–191.

**Д. А. Немолочнов\***

Новосибирский государственный технический университет, г. Новосибирск

\* *drakon13chik@mail.ru*,

Научный руководитель – доцент, канд. техн. наук Л. И. Шевцова

## СТРУКТУРА И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СПЛАВА НА ОСНОВЕ ИНТЕРМЕТАЛЛИДА СИСТЕМЫ Ni–Al, ПОЛУЧЕННОГО SPS- СПЕКАНИЕМ ПОРОШКА ТИПА ВКНА ПРИ РАЗЛИЧНЫХ СКОРОСТЯХ НАГРЕВА

По результатам структурных исследований и оценки прочностных свойств установлено, что скорость нагрева играет важную роль в формировании структуры и свойств материалов на основе алюминид никеля, полученных по SPS-технологии. Уменьшение скорости нагрева с 200 до 50 °C/мин обеспечивает получение материалов с относительной плотностью до 76 %. Максимальное значение предела прочности при изгибе достигает 390 МПа.

*Ключевые слова:* интерметаллид, искровое плазменное спекание, механические свойства, алюминид никеля.

**A. D. Nemolochnov**

## STRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF AN ALLOY BASED ON THE INTERMETALLIC COMPOUND OF THE NI–AL SYSTEM OBTAINED BY SPS OF THE BKNA-TYPE POWDER AT DIFFERENT HEATING RATES

The results of structural research and evaluation of strength properties are established that heating rate play an important role in the formation of the structure and properties of materials based on nickel aluminide, obtained by SPS-technology. Reducing the heating rate from 200 to 50 °C/min ensures the production of materials with a relative density of up to 76 %. The maximum value of the ultimate bending strength is 390 MPa.

*Keywords:* intermetallic, spark plasma sintering, mechanical properties, nickel aluminide.

Повышение комплекса механических свойств разрабатываемых материалов является одной из актуальных проблем в современном материаловедении. Для исследований был выбран сплав на основе алюминид никеля, с целью выявления влияния скорости нагрева на структуру и механические свойства материалов, полученных спеканием с использованием технологии искрового плазменного спекания (SPS). Из-за

особенностей связи атомов в кристаллической решетке интерметаллиды системы никель-алюминий имеют высокие показатели жаростойкости и жаропрочности, относительно низкую плотность (до 7,53 г/см<sup>3</sup>) по сравнению с никелевыми сплавами. В то же время алюминиды никеля обладают такими недостатками, как низкий уровень пластичности и трещиностойкости в области пониженных температур. Не смотря на указанные недостатки сплавы на основе алюминидов никеля широко применяются в современном авиа-, ракето- и автомобилестроении [1–3].

Для изготовления заготовок использовался метод искрового плазменного спекания (SPS), который относится к одним из передовых и эффективных методов получения малодефектных материалов на основе интерметаллидов. Применение данного метода позволяет сократить время выдержки материала в нагретом состоянии, что благоприятно сказывается на свойствах готового образца. Суть процесса заключается в одновременном пропускании импульсов постоянного тока и приложении к образцу одноосновного давления. Спекание порошка проводилось на установке SPS10-4 (Япония) [4–9].

Испытания проводились на образцах, полученных спеканием порошка марки ПН75Ю23В (сплав типа ВКНА), разработанного Всероссийским институтом авиационных материалов (ВИАМ) [10–12]. Средний размер частиц составляет 20 мкм, их форма близка к сферической. Химический состав порошка представлен в табл. 1.

Таблица 1

Химический состав порошка марки ПН75Ю23В

Химический состав, %									
Ni	Al	Cr	W	Co	Mo	Ti	Fe	Ca	C
осн.	22,7	2,93	1,16	0,8	0,79	0,32	0,15	0,08	0,07

Для проведения SPS-спекания порошок засыпался в пресс-форму, внутренний диаметр которой составил 40 мм. Режимы спекания порошка марки ПН75Ю23В представлены в табл. 2. В результате спекания были получены образцы цилиндрической формы высотой около 6 мм.

Таблица 2

Режимы спекания порошка марки ПН75Ю23В

№ режима	Температура нагрева, °С	Давление прессования, МПа	Скорость нагрева, °С/мин	Время выдержки, мин	Сила тока, кА
1	1100	50	50	100	2
2			100		
3			200		

Установлено, что фазовый состав материалов, спеченных при различных скоростях нагрева, абсолютно идентичен. Основной фазой в исследуемых образцах является интерметаллид NiAl, в тоже время в материале зафиксированы пики W.

Структура спечённых материалов была исследована с использованием оптического микроскопа Axio Observer Alm (рис. 1). В результате спекания порошка марки ПН75Ю23В при указанных режимах были получены образцы, максимальная плотность составляет  $5,74 \text{ г/см}^3$ , что составляет 76 % от плотности алюминида никеля. Микроструктура спечённых материалов однородна и в продольном, и в поперечном сечениях. В структуре материала такие виды дефектов, как крупные поры или трещины, не обнаружены. Максимальная пористость (20,4 %) соответствует материалу, полученному спеканием при  $200 \text{ }^\circ\text{C/мин}$ . Зависимости плотности и пористости спеченных образцов от скорости нагрева представлены в табл. 3.

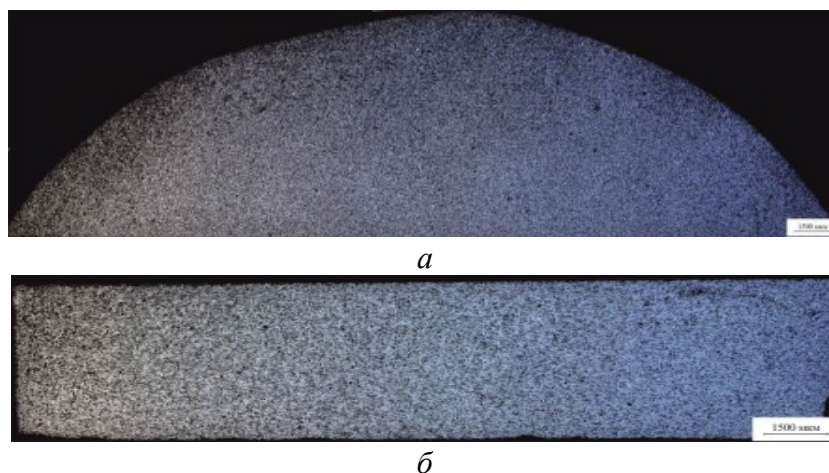


Рис. 1. Панорамные снимки структуры образцов, полученных SPS-спеканием порошка марки ПН75Ю23В при  $100 \text{ }^\circ\text{C/мин}$  (*а* – продольное сечение; *б* – поперечное сечение)

Таблица 3

Плотность и пористость образцов, полученных спеканием порошка ПН75Ю23В при разных скоростях нагрева

Скорость нагрева, $^\circ\text{C/мин}$	Плотность, $\text{г/см}^3$	Относительная плотность, %	Пористость, %
50	5,74	76	10,8
100	5,71	76	11,8
200	5,09	67	20,4

Из табл. 3 следует, что при снижении скорости нагрева плотность материалов возрастает до  $5,74 \text{ г/см}^3$  из-за изменения формы частиц и увеличения контакта между ними. Анализ дюрOMETрических исследований

свидетельствует о том, что при различных скоростях нагрева микротвердость образцов, полученных SPS-спеканием, находится в диапазоне от 3400 до 3650 МПа.

Испытания на трехточечный изгиб проводились на образцах размерами 3x4x30 мм. По результатам проведенных испытаний можно сказать, что при снижении скорости нагрева до 50 °С/мин предел прочности спеченных материалов увеличивается. Максимальное значение предела прочности при изгибе таких образцов составило 390 МПа. Образцы, полученные SPS-спеканием порошка ПН75Ю23В при 200 °С/мин, обладают наименьшей прочностью при изгибе (310 МПа). Низкие значения прочности обусловлены тем, что при высокой скорости нагрева формируются участки с закрытой пористостью. Анализ снимков изломов (рис. 2) свидетельствует о том, что во всех образцах доминирует интеркристаллитное разрушение.

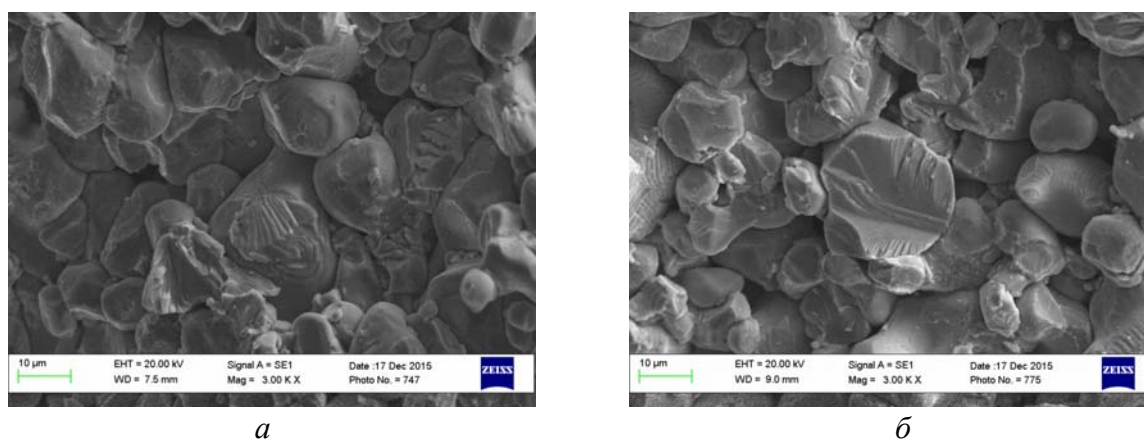


Рис. 2. Изломы образцов, спечённых при различных скоростях нагрева:  
*а* – 50 °С/мин; *б* – 200 °С/мин

В результате исследований установлено, что скорость нагрева играет важную роль в получении плотных объемных материалов из сплава ВКНА методом SPS. Повышение комплекса механических свойств материалов, полученных искровым плазменным спеканием, напрямую зависит от режимов спекания. Снижение скорости нагрева до 50 °С/мин позволило получить материал с относительной плотностью 76 % и значением предела прочности при изгибе, равным 390 МПа.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е. Н. Материалы для высокотеплонагруженных деталей газотурбинных двигателей / Е. Н. Каблов, О. Г. Оспенникова., О. А. Базылева // Вестник Московского государственного технического университета им. Н. Э. Баумана. «Машиностроение». Металлургия, 2011. № SP2. С 13–19.



2. Шевцова Л. И. Структура и механические свойства интерметаллида  $\text{Ni}_3\text{Al}$ , полученного по технологии искрового плазменного спекания механически активированной порошковой смеси «Ni–Al» / Л. И. Шевцова, Т. С. Самейцева, Д. Д. Мункуева // Обработка металлов (технология, оборудование, инструменты). 2014. № 3. С. 13–19.
3. Структура и механические свойства быстрозакаленного интерметаллида  $\text{Ni}_3\text{Al}$  / Ю. В. Мильман [и др.] // Электронная микроскопия и прочность материалов: сб. научн. тр. К. : ИПМ НАН Украины, 2013. № 19. С. 78–85.
4. Spark Plasma Sintering of Metals and Metal Matrix / N. Saheb [et al.] // Nanocomposites: A Review, Journal of Nanomaterials. 2012. P. 1–13.
5. Kwon Spark Plasma Sintering of Nanoscale (Ni+Al) Powder Mixture / J. S. Kim [et al.] // Solid State Phenomena. 2007. P. 35–38.
6. Liu D. Spark Plasma Sintering of Nanostructured Aluminum: Influence of Tooling Material on Microstructure / D. Liu, Y. Xiong, Y. Li // Metallurgical and Materials Transactions A. 2012. P. 1908–1916.
7. Структура и свойства материалов из алюминидов никеля, полученных с использованием различных технологий / Е. Е. Корниенко [и др.] // Перспективные материалы. 2017. № 3. С. 49–58.
8. Shevtsova L. Boron-modified  $\text{Ni}_3\text{Al}$  intermetallic compound formed by spark plasma sintering of mechanically activated Ni and Al powders / L. Shevtsova // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 2016. V. 124. № 1.
9. Tokita M. Trends in Advanced SPS (Spark Plasma Sintering) Systems and Technology / M. Tokita // Journal of the Society of Power Technology, 1993. V. 30. № 11. P. 790–804.
10. Fabrication of the  $\text{Ni}_3\text{Al}$ -based alloy formed by spark plasma sintering of VKNA powders / L. Shevtsova [et al.] // IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. 2016. V. 124. № 1. P. 1–6.
11. Герасимов В. В. Усовершенствование состава и разработка технологии литья монокристаллических лопаток из жаропрочного интерметаллидного сплава / В. В. Герасимов, Н. В. Петрушин, Е. М. Висик // Труды ВИАМ. 2015. № 3. С. 1–20.
12. Литейные сплавы на основе  $\text{Ni}_3\text{Al}$  и способ их выплавки / О. А. Базылева [и др.] // Заготовительные производства в машиностроении. 2010. № 1. С. 29–35.

***О. Н. Полухина, А. Р. Хамбалеев, А. А. Барабашова***

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург,

\**sov23@mail.ru,*

Научный руководитель – канд. техн. наук *О. В. Селиванова\**

## ИССЛЕДОВАНИЕ ПОЛОС ЧЕРНОВА – ЛЮДЕРСА В НИЗКОУГЛЕРОДИСТЫХ ТРУБНЫХ СТАЛЯХ

В работе исследованы образцы низкоуглеродистых трубных сталей. Проведена оценка распределения деформаций во время испытаний на растяжение и анализ полос Чернова – Людерса с применением метода цифровой корреляции изображений.

*Ключевые слова:* деформационное старение, трубные стали, полоса Чернова – Людерса.

***O. N. Polukhina, A. R. Khambaleev, A. A. Barabashova***

## CHERNOV–LÜDERS BANDS STUDY IN LOW-CARBON PIPE STEELS

The object of the study were the samples of low-carbon pipe steels. The estimation of the strain distribution during the tensile tests and the analysis of Chernov–Lüders bands were done by using the method of digital images correlation.

*Keywords:* strain aging, pipe steels, Chernov–Lüders band.

Стали класса К65(Х80) с пределом текучести в диапазоне от 555 МПа до 705 МПа применяют во многих областях для производства магистральных трубопроводов большого диаметра высокого давления [1].

В условиях длительной эксплуатации газопроводные трубы подвергаются перепадам давления, температур, воздействию циклических и постоянных нагрузок. Для защиты трубных сталей от коррозии широко используется покрытие из расплавленной эпоксидной смолы при строительстве трубопроводов. В процессе нанесения покрытия трубы обычно нагревают до определенной температуры, что приводит к некоторому изменению механических свойств стали: повышению предела текучести, более высокому отношению предела текучести к пределу прочности и возникновению полос Чернова – Людерса при испытании на растяжение. Появление полос Чернова – Людерса является большой проблемой в строительстве трубопроводов, поскольку это может вызвать локальные пластические деформации при холодной правке трубы и, в свою очередь стать причиной повреждения слоя защитного покрытия.

В настоящее время установлено, что деформационное старение развивается при наличии в твердом растворе атомов углерода и азота [2]. Эти факторы постепенно приводят к деградации свойств трубных сталей.

Целью настоящей работы явилось изучение процессов зарождения и распространения полос Чернова – Людерса, возникающих при испытании на растяжение образцов низкоуглеродистых сталей типа 08Г2МБ.

Растяжение плоского образца толщиной 3 мм проводили на универсальной испытательной машине Instron 8801 при комнатной температуре со скоростью  $0,7 \cdot 10^{-3}$  с<sup>-1</sup>, с записью диаграмм растяжения. Испытательная машина Instron 8801 была оснащена бесконтактным оптическим комплексом Strain Master. Strain Master – это бесконтактный оптический комплекс для анализа формы, полей перемещений и деформаций методом корреляции цифровых изображений (Digital Image Correlation – DIC).

Диаграмма растяжения плоского образца, обработанного по режиму непрерывного нагрева на  $T_n = 680$  °С без выдержки при данной температуре и охлаждения на воздухе была совмещена с полями цифровой корреляции изображений – DIC. На диаграмме растяжения наблюдаются ярко выраженный зуб и площадка текучести, что является явным свидетельством проявления эффекта деформационного старения в исследуемой стали. Общая картина распространения ПЧЛ через рабочую часть образца приведена на рис.

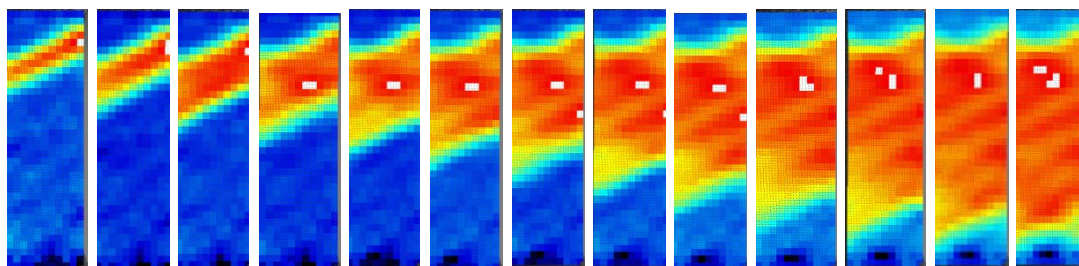


Рис. Распространение полосы Чернова – Людерса на площадке текучести

Согласно полученным данным деформация в полосе Чернова – Людерса протекает неоднородно с некоторым отклонением угла наклона полос деформации от первоначального значения  $45^\circ$  до разворота на угол порядка  $30^\circ$ .

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Innovative analysis of Lüders band behavior in pipeline steel / J. Hian [et al.] // School of Materials and Engineering, Northeastern University, China. 2017. P. 123–126.
2. Деформационное старение стали / В. К. Бабич [и др.] // Москва : Металлургия, 1972. 320 с.

***А. З. Ибраимова, О. В. Селиванова\*, В. А. Хотин***

Уральский федеральный университет имени первого президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

\**sov23@mail.ru*

## **ВЛИЯНИЕ ИЗОТЕРМИЧЕСКОЙ ЗАКАЛКИ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА СТАЛИ 37ХГФ**

В работе исследованы микроструктура и механические свойства конструкционной стали 37ХГФ после термической обработки по различным режимам. Проведен сравнительный анализ микроструктуры и комплекса механических свойств в исходном горячекатаном состоянии, после улучшения и изотермической закалки.

*Ключевые слова:* среднеуглеродистая сталь, закалка, отпуск, ударная вязкость, механические свойства, бейнит.

***A. Z. Ibraimova, O. V. Selivanova, V. A. Khotinov***

## **THE INFLUENCE OF ISOTHERMAL QUENCHING ON STRUCTURE AND PROPERTIES OF STEEL 37HGF**

The microstructure and mechanical properties of constructional steel 37HGF after heat treatment on different regimes were investigated. Comparative analysis steel microstructure and mechanical properties after hot-rolling, quenching, tempering and isothermal quenching was carried out.

*Keywords:* medium carbon steel, quenching, tempering, impact toughness, mechanical properties, bainite.

Целью данной работы явилось изучение влияния бейнитной закалки на формирование микроструктуры и комплекса механических свойств среднеуглеродистой стали 37ХГФ.

Продукты изотермического превращения переохлажденного аустенита в промежуточном интервале температур по своим свойствам, составу и структуре фаз близки к продуктам отпуска мартенсита закаленной стали, если температуры бейнитного превращения и отпуска одинаковы. Ферритная фаза в бейните является пересыщенным раствором углерода в  $\alpha$ -железе. Карбидная фаза в верхнем бейните – цементит, а в нижнем бейните –  $\epsilon$ -карбид, который заменяется цементитом с увеличением времени выдержки (как и при отпуске стали) [1].

Резкое уменьшение закалочных напряжений и коробления – важное преимущество изотермической закалки. Кроме того, у изотермической

закалки есть и другое преимущество. При бейнитном превращении в некоторых легированных сталях сохраняется большое количество остаточного аустенита, который не превращается в мартенсит при охлаждении после изотермической выдержки [2]. Изотермическая закалка таких сталей обеспечивает высокую ударную вязкость, резко уменьшает чувствительность к надрезу по сравнению с закаленной на мартенсит и отпущенной сталью. Следовательно, изотермическая закалка позволяет повысить конструктивную прочность стали.

Образцы стали 37ХГФ изучали в исходном горячекатаном состоянии, а также после изотермической обработки по различным режимам (рис.1).

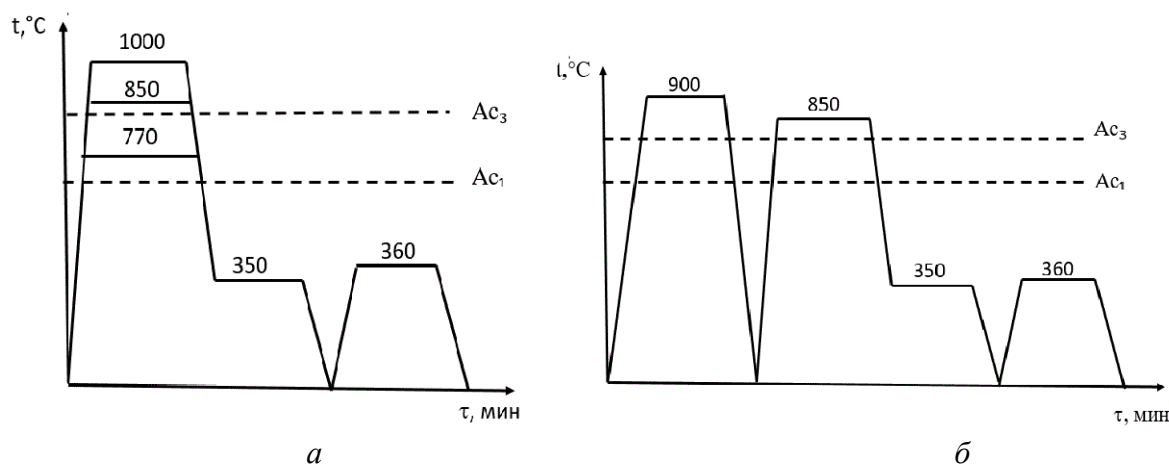


Рис. 1. Режимы термообработки стали 37ХГФ:  
а – горячекатаное состояние; б – закаленное состояние

Согласно результатам ударных испытаний, KCV исследуемой стали после горячей прокатки составляет  $0,25 \text{ МДж/м}^2$ , а после улучшения –  $1,26 \text{ МДж/м}^2$ . Проведение изотермической обработки по режиму ( $t_n = 850^\circ\text{C}$ ,  $t_{\text{пер}} = 350^\circ\text{C}$ ,  $\tau_b = 30 \text{ мин}$ ) приводит к значительному увеличению уровня ударной вязкости на  $1 \text{ МДж/м}^2$  и  $0,1 \text{ МДж/м}^2$  по сравнению с исходным горячекатаным и улучшенным состоянием соответственно.

Аустенинизация в межкритическом интервале температур с последующей изотермической выдержкой при  $t_{\text{пер}} = 350^\circ\text{C}$ ,  $\tau_b = 30 \text{ мин}$  приводит к незначительному увеличению ударной вязкости на  $0,1 \text{ МДж/м}^2$  по сравнению с исходным горячекатаным состоянием соответственно и снижению на  $1 \text{ МДж/м}^2$  по сравнению улучшенным состоянием. После обработки по режиму  $t_n = 1000^\circ\text{C}$ ,  $t_{\text{пер}} = 350^\circ\text{C}$ ,  $\tau_b = 30 \text{ мин}$  ударная вязкость сопоставима с таковой для исходного горячекатаного образца.

После изотермической обработки закаленного образца  $t_{\text{зак}} = 900^\circ\text{C}$ , по режиму  $t_n = 850^\circ\text{C}$ ,  $t_{\text{пер}} = 350^\circ\text{C}$ ,  $\tau_b = 30 \text{ мин}$  уровень ударной вязкости значительно увеличивается на  $1,1 \text{ МДж/м}^2$  по сравнению с исходным

горячекатаным и на  $0,1 \text{ МДж/м}^2$  с улучшенным состоянием, соответственно.

Исследование поверхностей излома образцов после изотермической закалки показало, что обработка по режимам  $t_n = 850 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $t_{\text{пер}} = 350 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $\tau_b = 30$  мин приводит к 100 % волокнистому типу излома (рис. 2, а). После аустенитизации в межкритическом интервале температур с последующей изотермической выдержкой при  $t_{\text{пер}} = 350^\circ\text{C}$  наблюдается полностью хрупкий излом (рис. 2, б). Увеличение температуры аустенитизации до  $1000 \text{ }^\circ\text{C}$  с последующей изотермической выдержкой при  $t_{\text{пер}} = 350 \text{ }^\circ\text{C}$  также приводит к хрупкому механизму разрушения (рис. 2, в). В результате, испытания на удар образца с исходной мартенситной структурой, обработанного по режиму  $t_n = 850 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $t_{\text{пер}} = 350 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $\tau_b = 30$  мин формируется волокнистый излом (рис. 2, г).

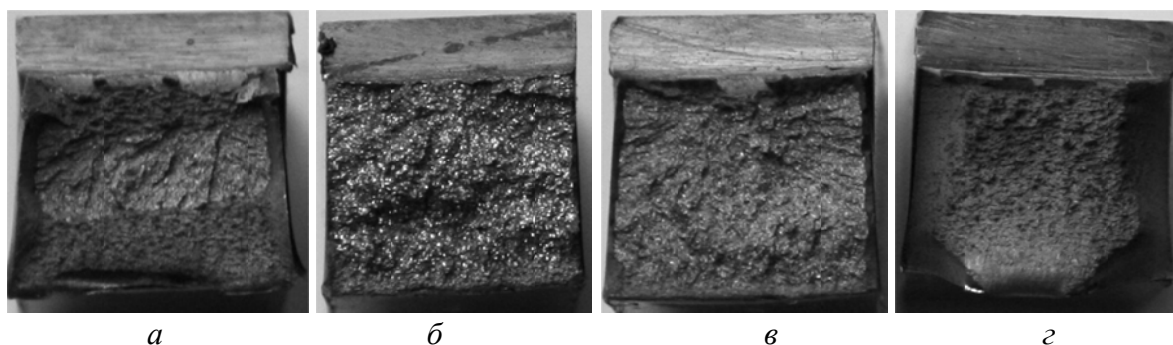


Рис. 2. Поверхности образцов Шарпи после ударных испытаний после изотермической обработки ( $t_{\text{выд}} = 350 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $\tau_b = 30$  мин) при различных температурах аустенитизации:  
а –  $t_n = 850 \text{ }^\circ\text{C}$ ; б –  $t_n = 770 \text{ }^\circ\text{C}$ , в –  $t_n = 1000 \text{ }^\circ\text{C}$ ;  
г – закаленное состояние,  $t_n = 850 \text{ }^\circ\text{C}$

Механические свойства в горячекатаном состоянии составляют следующие значения: предел текучести  $\sigma_{0,2} = 610 \text{ МПа}$ , временное сопротивление  $\sigma_b = 890 \text{ МПа}$ , относительное сужение  $\psi = 39 \text{ } \%$ . Равномерное удлинение  $\delta_p = 7,9 \text{ } \%$ , общее  $\delta = 14 \text{ } \%$ .

Улучшение после горячей прокатки приводит к увеличению предела текучести  $\sigma_{0,2}$  от 610 до 970 МПа. Также возрастает показатель временного сопротивления  $\sigma_b$  с 890 до 1035 МПа. При этом наблюдается падение пластических характеристик, однако наблюдается увеличение относительного сужения  $\psi$  с 39 до 49 %. Равномерное удлинение  $\delta_p$  понижается от 7,9 до 4,6 %, общее  $\delta$  – от 14 до 12 %.

Проведение бейнитной закалки по режиму  $T_n = 850 \text{ }^\circ\text{C}$ ;  $\tau_b = 350 \text{ }^\circ\text{C}$ ; приводит к снижению прочностных характеристик, а именно предел текучести  $\sigma_{0,2}$  уменьшается на 288 МПа, а  $\sigma_b$  – на 156 МПа по сравнению с таковыми после улучшения. При этом наблюдается увеличение пластических характеристик, а именно равномерное удлинение  $\delta_p$

увеличивается от 4,6 до 5,9 %, общее удлинение  $\delta$  возрастает от 12 до 16,9 %, наблюдается увеличение относительного сужения  $\psi$  с 39,0 до 64,9 %.

Установлено, что проведение низкотемпературного отпуска после бейнитной закалки не приводит к значительному изменению механических свойств.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Новиков И. И. Теория термической обработки металлов: учебник / И. И. Новиков. Москва : Металлургия, 1986. 392 с.
2. Effect of tempering on the microstructure and mechanical properties of a medium carbon bainitic steel / J. Kang [et al.] / /Material Science & Engineering A. 2017. V. 686. P. 150–159.

УДК 669.245:621.762

**О. Ю. Татаренко<sup>\*</sup>, О. С. Петухова**

Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет),  
г. Москва

*\*olya.tatarenko94@gmail.com*

Научный руководитель – доцент, канд. техн. наук Л. В. Федорова

**ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ БАРОТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ  
НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА МАТЕРИАЛА, ПОЛУЧЕННОГО  
МЕТОДОМ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО СПЛАВЛЕНИЯ  
ИЗ МЕТАЛЛОПОРОШКОВОЙ КОМПОЗИЦИИ  
СТРУКТУРНОСТАБИЛЬНОГО ЖАРОПРОЧНОГО НИКЕЛЕВОГО  
СПЛАВА ВЖ159**

В работе проведено исследование механических свойств материала заготовок, полученных методом селективного лазерного сплавления из металлопорошковой композиции структурностабильного сплава ВЖ159. Показано, что технология селективного лазерного сплавления и последующая термическая обработка обеспечивают высокие механические свойства по сравнению с аналогом по применению.

*Ключевые слова:* металлопорошковая композиция, селективное лазерное сплавление, механические свойства.

**О. Y. Tatarenko, O. S. Petuhova**

**STUDY OF THE EFFECT OF BAROTHERMIC TREATMENT ON THE THE  
MECHANICAL PROPERTIES OF THE MATERIAL OBTAINED BY THE  
METHOD OF SELECTIVE LASER MELTING OF METAL-POWDER  
COMPOSITION STRUCTUREBLE HEAT-RESISTANT NICKEL ALLOY**

The paper investigates the mechanical properties the material of blanks obtained by the method of selective laser alloying from the metalpowder composition of the structurally stable alloy VZh159. It is shown that the technology of selective laser fusion and subsequent heat treatment provides high mechanical properties in comparison with the analog for use.

*Keywords:* metalpowder composition, selective laser alloying, mechanical properties.

Методом селективного лазерного сплавления по выбранному оптимальному режиму из металлопорошковой композиции структурностабильного сплава ВЖ159 изготовлены заготовки образцов размерами Ø 18 x 72 мм в горизонтальной и вертикальной ориентации для проведения дальнейших исследований.



Проведены исследования механических характеристик (предел прочности, предел текучести, относительное удлинение, относительное сужение) при различных температурах и длительной прочности при 800°C образцов после проведения БТО (баротермической обработки).

По опыту работы с другими материалами именно испытания на длительную прочность позволяют выявить системные структурные нарушения синтезированного материала, даже когда значения кратковременной прочности находятся на высоком уровне [1]. Результаты испытаний приведены в табл. 1, испытания проводились по ГОСТ 10145–81.

Таблица 1

Длительная прочность материала (при 800 °С), синтезированного из металлопорошковой композиции сплава ВЖ159, после БТО

№ образца	T <sub>исп</sub> , °С	σ, МПа	τ <sub>p</sub> , час
1 (Z)	800	180	168
2 (Z)			169
3 (XY)			144
4 (XY)			167
Паспорт № 1668 на сплав ВЖ159			≥ 100

Как видно из табл. 1, длительная прочность синтезированных образцов не зависимо от ориентации превышает паспортные характеристики на деформированный полуфабрикат из сплава ВЖ159 (≥ 100 ч) [1, 2].

Проведено исследование механических свойств экспериментальных образцов, изготовленных методом селективного лазерного сплавления из металлопорошковой композиции структурностабильного сплава ВЖ159 при температурах (20, 600, 700, 800 и 1000 °С), испытания проводились по ГОСТ 1497–84. Результаты приведены в табл. 2 и 3.

Таблица 2

Механические свойства материала (при 20°C), синтезированного из металлопорошковой композиции сплава ВЖ159, после БТО

№ образца	σ <sub>B</sub> , МПа	σ <sub>0,2</sub> , МПа	δ <sub>5</sub> , %	ψ, %
1	1200	740	27,5	28,0
2	1195	735	28,0	28,5
3	1215	755	28,5	29,0
4	1210	735	26,0	26,5
5	1190	710	24,0	23,5
6	1205	730	27,5	27,0

ТУ 1–595–3–624–2001 на сплав ВЖ159	980	490	30	35
---------------------------------------	-----	-----	----	----

Таблица 3

Механические свойства материала  
(при 600, 700, 800 и 1000 °С), синтезированного из металлопорошковой  
композиции сплава ВЖ159, после БТО

№ образца	Температура испытаний, °С	$\sigma_b$ , МПа	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\delta_5$ , %	$\psi$ , %
1	600	885	685	22	24
2		875	670	23	24
3		885	680	24	26
4		825	615	33	35
5		830	625	33,5	36
6		820	615	34	37
7	700	820	570	16,5	17
8		825	575	15	16,5
9		830	580	16	17,5
10		815	565	17	18
11		815	570	19	20
12		810	560	19,5	21
13	800	660	370	28,5	30
14		665	380	26	29,5
15		650	345	28,5	30,5
16		630	325	38	41
17		640	340	25,5	39
18		625	310	38	42
19	1000	150	80	58	63
20		150	75	53	62
21		160	75	57	62
22		145	70	63	70
23		150	75	68	73,5
24		150	70	68	72

Исследования механических характеристик при повышенных температурах показали, что материал, синтезированный из металлопорошковой композиции сплава ВЖ159, имеет высокие прочностные характеристики при рабочих температурах (800 °С) за счет высокой структурной стабильности. Температура 1000 °С является предельной температурой «заброса» для данного материала, что соответствует аналогичным показателям деформированного материала [2].

Таким образом, по результатам проведенных исследований можно сделать вывод, что проведение последующей баротермической обработки образцов, изготовленных методом селективного лазерного сплавления,

является перспективной с точки зрения высоких значений механических характеристик и низких значений пористости материала.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Каблов Е. Н. Создание современных жаропрочных материалов и технологий их производства для авиационного двигателестроения / Е. Н. Каблов, Б. С. Ломберг, О. Г. Оспенникова // Крылья Родины. 2012. № 3–4. С. 34–38.
2. Высокожаропрочные деформируемые никелевые сплавы для перспективных газотурбинных двигателей и газотурбинных установок/ Б. С. Ломберг [и др.] // Вестник МГТУ им. Н. Э. Баумана. 2011. Спец. выпуск. С. 98–103.

***Е. В. Осинников<sup>1\*</sup>, Р. М. Фалахутдинов<sup>2</sup>, С. А. Мурзинова<sup>2</sup>***

<sup>1</sup>Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина, г. Екатеринбург

<sup>2</sup>Институт физики металлов им. М. Н. Михеева УрО РАН, г. Екатеринбург

\* *egor.osinnikov@yandex.ru*

## **РАЗРАБОТКА МЕТОДИКИ ПОСЛОЙНОГО АНАЛИЗА МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОЛИТИЧЕСКОГО СНЯТИЯ СЛОЕВ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПАРАМЕТРОВ ЗЕРНОГРАНИЧНОЙ ДИФФУЗИИ КОБАЛЬТА В ПОЛИКРИСТАЛЛИЧЕСКОМ НИКЕЛЕ**

Разработана методика послойного анализа с использованием электролитического снятия слоев для определения параметров зернограницной диффузии кобальта в поликристаллическом никеле. Предложенная методика позволила реализовать снятие слоёв без применения дорогостоящего оборудования в условиях обычной радиохимической лаборатории.

*Ключевые слова:* зернограницная диффузия, поликристаллический никель, глубина проникновения, послойный радиометрический анализ.

***E. V. Osinnikov, R. M. Falahutdinov, S. A. Murzinova***

## **DEVELOPMENT OF METHODS OF LAYER-BY-LAYER ANALYSIS OF ELECTRO-REMOVING LAYERS TO DETERMINE THE PARAMETERS OF GRAIN-BOUNDARY DIFFUSION OF COBALT IN POLYCRYSTALLINE NICKEL**

A technique of layer-by-layer analysis has been worked out using electrolytic removal of layers for determination of the parameters of grain-boundary diffusion of cobalt in polycrystalline Ni. The technique suggested enables to realize removal of layers without application of expensive equipment in the conditions of common radiochemical laboratory.

*Keywords:* grain-boundary diffusion, polycrystalline nickel, depth of penetration, layer-by-layer analysis.

Всестороннее понимание диффузионных процессов в твердых телах является одним из ключевых вопросов в разработке материалов. В настоящее время много внимания уделяется исследованию процессов зернограницной диффузии, т. к. скорость зернограницной диффузии лимитирует эксплуатационные свойства материала в конкретных условиях.

Для границ зерен в Ni в настоящее время есть данные только по его самодиффузии [1], но отсутствуют работы по зернограницной диффузии других элементов. Поэтому особый интерес представляет диффузия других элементов в поликристаллическом никеле, в частности  $^{57}\text{Co}$ .

Существует ряд методик для определения коэффициента зернограницной диффузии для различных образцов. [2] Основным общим признаком таких методик является послойное определение концентрации диффундирующего элемента. За основу была взята методика определения коэффициента зернограницной диффузии – метод послойного радиометрического анализа. Однако способ снятия слоёв материала заданной толщины применяемых в настоящее время в исследованиях [3, 4] может не давать возможности снизить толщину снятого слоя до размеров, позволяющих определять зависимость концентрации по глубине с требуемым разрешением. Поскольку, особенно при низких температурах, диффузионные пути могут быть менее толщины снятия единичного слоя. Это может затруднять или приводить к невозможности исследования зернограницной диффузии при температурах ниже, чем  $0,4T_{\text{пл}}$ . В тоже время требует применение специального дорогостоящего оборудования.

Поэтому была предложена методика снятия слоёв никеля электролитическим способом. Ее преимущество состоит в том, что с помощью данного метода возможно снимать слои примерной толщиной 10 нм, тогда, как при использовании других методик [2] снимаются слои порядка 100 нм – 1 мкм, что может быть сопоставимо с глубиной проникновения диффузанта в исходный образец. В тоже время не требуется какого-либо специального дорогостоящего оборудования.

Необходимо отметить, что методика также содержит обычно применяемые последовательности операций по подготовке образцов для послойного радиометрического анализа, включающих нарезку образцов заданной геометрии на электроэрозионном станке в виде дисков, шлифовку до зеркальной поверхности с целью создания чистой поверхности (удаление рисок, рельефа, ямок и деформации). А также очистки внешней поверхности образца путем щадящего химического травления в растворе соляной кислоты при комнатной температуре для удаления остатков пасты, которая использовалась в процессе шлифовки образца и дополнительной полировки электролитическим способом для выравнивания рельефа.

Поскольку особое внимание при изучении диффузии следует уделять структуре зерен образца, т. к. миграция границ может существенно ускорить диффузию в материале, особенно важно это учитывать в чистых материалах, т. к. рост зерен в Ni может происходить при небольшом нагревании образца, полученный образец подвергался стабилизационному отжигу при температуре 800°C в течении часа в условиях динамического вакуума. Далее для удаления оксидной пленки, которая могла образоваться

при такой высокой температуре отжига, образец снова подвергался электролитической обработке.

Процесс нанесения радионуклида  $^{57}\text{Co}$  в количестве 1 МБк осуществлялся аналогично работам [1, 3, 4] в виде капли с последующей сушкой. Далее образец с активностью подвергался длительному диффузионному отжигу (не менее 10 часов). Длительное время отжига объясняется глубиной проникновения атома  $^{57}\text{Co}$  в структуру поликристалла. Например, за 1 секунду при температуре порядка 400 °С глубина проникновения радиоизотопа составляет 0,01 нм, а при отжиге в течение  $10^4$  с (около 3 часов) средняя глубина проникновения составляет около 0,1 мм [2].

Диффузионная зона делилась на слои методом электрохимической полировки. Для электрохимической полировки был выбран электролит, состав которого приведен в таблице [5]:

Таблица

Состав электролита для полировки никеля

Компонент	Концентрация компонента, г/л
Сульфат натрия	400
Борная кислота	30
Додецилсульфат натрия	0,1

Выбор данного электролита обусловлен следующими параметрами:

- возможность снятия слоев малой толщины (примерно 10 нм);
- способность металла вступать в реакцию анодного окисления в среде данного электролита.

Возможность снимать слои малой толщины объясняется тем, что дополнительно в процессе электролитической полировки электролит помещался в ледяную баню. Контроль толщины снятого слоя производили по изменению веса образца. Вес образца измерялся на высокоточных аналитических весах ВЛ-120М с точностью  $10^{-5}$  г. Дополнительно проводился контроль геометрии образца для более точного расчета толщины снятого слоя, который включал в себя восстановление геометрических размеров по модели образца. Для измерения активности использовался цифровой гамма-спектрометр на сцинтилляционном NaI (Tl) детекторе. Словую активность вычисляли по интегральному остатку  $\gamma$ -линии 122 кэВ по методу Грузина. [6]

Таким образом, предложенная методика позволила реализовать снятие слоёв без применения дорогостоящего оборудования в условиях обычной радиохимической лаборатории.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Divinsky S. V. Grain boundary self-diffusion in polycrystalline nickel of different purity levels. / S. V. Divinsky, G. Reglitz, G. Wilde // *Acta Materialia*. 2010. V. 58. P. 386–395.
2. Бокштейн Б. С. Диффузия атомов и ионов в твердых телах: учебник / Б. С. Бокштейн, А. Б. Ярославцев Москва : МИСИС, 2005. 362 с.
3. Divinsky S. V. Recent Advances and Unsolved Problems of Grain Boundary Diffusion. / S. V. Divinsky, B. S. Bokstein // *Defect and Diffusion Forum Vols*. 2011. V. 309–310. P. 1–8
4. Ultra-fast diffusion channels in pure Ni severely deformed by equal-channel angular pressing. / S. V. Divinsky [et al.] // *Acta Materialia*. 2011. V. 59. P. 1974–1985.
5. Исаев А. В. Анодное окисление никеля в сульфатных электролитах никелирования в области в области потенциалов, предшествующей «основной» пассивации / А. В. Исаев, М. Г. Михаленко // *ХиХТ*. 2009. Т. 52, № 11. С. 66–70.
6. Грузин П. Л. Применение искусственно радиоактивных индикаторов для изучения процессов диффузии и самодиффузии / П. Л. Грузин // *ДАН СССР*. 1952. Т. 86, № 2. С. 289–292.

**Д. Ю. Магин<sup>\*</sup>, А. А. Хлыбов<sup>\*\*</sup>**

Нижегородский государственный технический университет им. Р. Е. Алексеева,  
г. Нижний Новгород

*\*dmizu@inbox.ru, \*\* Hlybov\_52@mail.ru*

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук А. А. Хлыбов

## ФОРМИРОВАНИЕ НЕОБХОДИМОГО КОМПЛЕКСА МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ МЕТАЛЛА В ПРОИЗВОДСТВЕ ЦЕПЕЙ ВЫСОКОЙ ПРОЧНОСТИ

В статье рассмотрено производство цепей из высокопрочной стали 30ХГСА. Исследовано влияние механических свойств стали на процесс гибки прутка в заготовку звена цепи. На основании полученных экспериментальных результатов предлагается технология термической обработки, которая обеспечивает необходимый комплекс механических свойств в производстве цепей высокой прочности.

*Ключевые слова:* объёмная термическая обработка, механические свойства, пластичность, цепи высокой прочности.

***D. Yu. Magin, A. A. Hlybov***

## THE FORMATION OF THE NECESSARY COMPLEX MECHANICAL PROPERTIES OF METAL IN THE PRODUCTION CHAINS OF HIGH STRENGTH

The article describes the production chains of high strength steel 30ХГСА(30KHGSA). The influence of the mechanical properties of steel for the bending of the rod in the procurement chain link. Based on the experimental results, it is proposed the technology of heat treatment, which ensures the required mechanical properties in the production chains of high strength.

*Keywords:* volumetric heat treatment, mechanical properties, plasticity, chains high strength.

Комплекс механических свойств используемого металла оказывает большое влияние на весь технологический процесс производства цепей. На этапе формирования заготовки звена цепи под последующую сварку, осуществляется процесс гибки (рис. 1), при этом металл необратимо деформируется и приобретает остаточные деформации. С целью предотвращения разрушения металла при данной технологии производства, необходимо получить оптимальное значение механических свойств исходного металла.



В настоящей работе изучалось влияние механических свойств стали 30ХГСА на процесс гибки прутка в заготовку звена цепи. В целях повышения пластичности металла перед деформационным воздействием (гибкой), для исходного металла предварительно проведена объёмная термическая обработка в виде сфероидизирующего отжига.

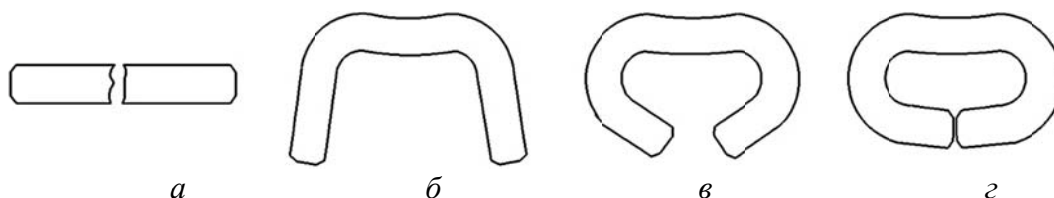


Рис. 1. Стадии гибки прутка в заготовку звена цепи: *а* – пруток металла; *б* – полузвено; *в* – промежуточная позиция; *г* – заготовка звена

Процесс гибки прутка металла в заготовку звена цепи осуществлялся на гибочной машине MRP KB-14.

В качестве образцов для исследования были использованы стандартные образцы по ГОСТ 9454-78 и ГОСТ 1497–84 из стали 30ХГСА в состоянии поставки и после предварительной объёмной термической обработки – сфероидизирующего отжига. Химический состав исследуемой стали: С – 0,33 %; Cr – 1,025 %; Mn – 1,03 %; Si – 1,11 %. Объёмная термическая обработка проводилась в шахтной электропечи марки «СШЦМ6.6/9,5».

Механические испытания проводились на копре маятниковом марки «МК-300» и испытательной машине растяжения «Р-50». Твёрдость измерялась на твердомере «ТК-1».

Анализ микроструктуры проводился с помощью микроскопа «KEYNCE VHX-1000» при увеличении 500 раз. Травление образцов осуществлялось в растворе 5 % азотной кислоты.

В процессе гибки прутка стали 30ХГСА в исходном состоянии на гибочной машине установлено разрушение металла (рис. 2).

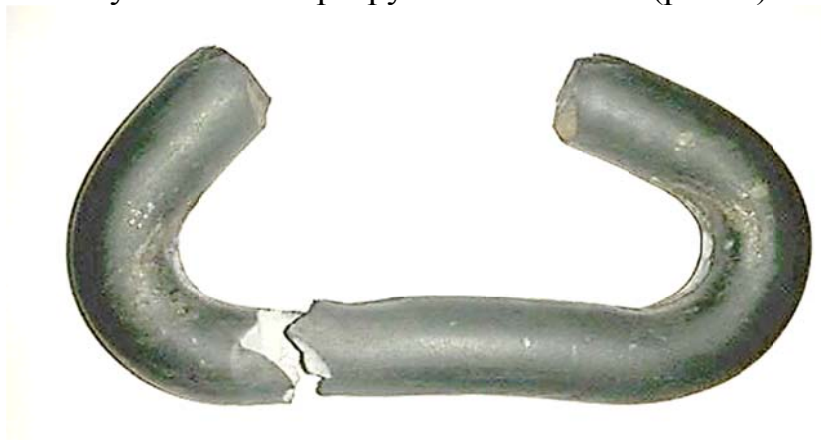


Рис. 2. Разрушение металла в процессе гибки

Механические испытания образцов из стали 30ХГСА в исходном состоянии представлены в табл. 1.

Таблица 1

Механические свойства образца из стали 30ХГСА в исходном состоянии

№ образца	Предел теку- чести, МПа	Времен- ное сопро- тивление, МПа	Относи- тельное удлине- ние, %	Относи- тельное сужение, %	Твер- дость, НВ	Микро- структура
Обр. № 1 в исход- ном состоянии	397	809	20	38	200– 220	Смесь сорбито- образного и пластинчатого перлита

Для повышения пластичности стали 30ХГСА, была проведена объёмная термическая обработка – серфоидизирующий отжиг по режимам, представленным на рис. 3.

Выбор такого вида термической обработки обусловлен необходимостью превращения цементита в виде пластин или сетки в мелкие сферы с образованием зернистого перлита [2].

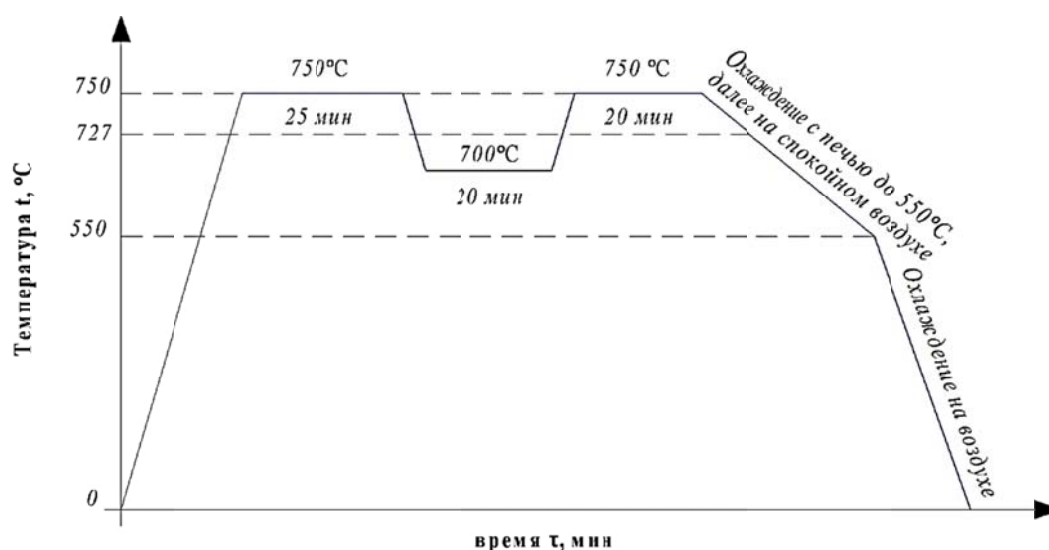


Рис. 3. Диаграмма режима термической обработки стали 30ХГСА, серфоидизирующий отжиг

Механические испытания образцов из стали 30ХГСА после серфоидеизирующего представлены в табл. 2.

Таблица 2

Механические свойства образца из стали 30ХГСА после  
сфероидизирующего отжига

№ образца	Предел текуче- сти, МПа	Времен- ное сопро- тивле- ние, МПа	Отно- ситель- ное удли- нение, %	Относи- тельное сужение, %	Твер- дость, НВ	Микро- структура
Обр. № 2 после ТО	557	645	33	61	150	Зернистый перлит

Основными показателями пластичности являются: относительное удлинение и относительное сужение [2]. Сравнивая таблицы 1 и 2 по этим критериям можно сделать вывод о том, что образец стали 30ХГСА после сфероидизирующего отжига более пластичнее, чем образец из стали 30ХГСА в исходном состоянии.

Зернистая структура стали менее прочна по сравнению с пластинчатой [3], о чем свидетельствует снижение значения твердости на образце после проведения объёмной термической обработки.

В результате повышения пластичности по средствам проведения предварительного сфероидизирующего отжига, в процессе гибки прутка из стали 30ХГСА в заготовку звена цепи, повторного разрушения не выявлено.

Таким образом, можно сделать вывод о том, что был получен необходимый комплекс механических свойств, удовлетворяющий технологии производства цепей высокой прочности из стали 30ХГСА.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Журавлев В. Л. Круглозвенные цепи и соединительные звенья для горного оборудования / В. Л. Журавлев. Москва : «Институт ВНИИПТУГЛЕМАШ», 1975. 145 с.
2. Двоеглазов Г. А. Материаловедение / Г. А. Двоеглазов. Ростов : «Феникс», 2015. 445 с.
3. Плошкин В. В. Материаловедение / В. В. Плошкин. Москва : «Юрайт», 2015. 463 с.
4. Гатов Б. Н. Производство литых, сварных и штампованных цепей / Б. Н. Гатов, Н. Г. Дубинский, Н. А. Зиновьев. Москва : Судпромгиз, 1955. 142 с.

**Е. Д. Зыкова<sup>\*</sup>, А. А. Кашимбетова**

Новосибирский государственный технический университет, г. Новосибирск

<sup>\*</sup> katt333@yandex.ru

Научный руководитель – доцент, канд. техн. наук Д. В. Лазуренко

## ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ПОКРЫТИЙ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ ВНЕВАКУУМНОЙ ЭЛЕКТРОННО- ЛУЧЕВОЙ НАПЛАВКИ ПОРОШКОВЫХ СМЕСЕЙ

В данной работе были получены покрытия методом вневакуумной электронно-лучевой наплавки порошковых смесей, состоящих из Al и Ti, взятых в разных пропорциях. Была исследована структура полученных покрытий, а также проведен элементный и фазовый анализ данных покрытий. Проведены испытания на стойкость к окислению, и оценено влияние фазового состава покрытий на показатели жаростойкости.

*Ключевые слова:* интерметаллид, алюминиды титана, электронно-лучевая наплавка.

**Е. D. Zyкова, A. A. Kashimbetova**

## INVESTIGATION OF THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF COATINGS OBTAINED BY THE METHOD OF NON-VACUUM ELECTRON BEAM CLADDING OF POWDER MIXTURES

In this work coatings were obtained by the method of non-vacuum electron beam cladding of Al–Ti powder mixtures of different ratios. The structure of the coatings was investigated, and elemental and phase analysis of these coatings was carried out. Oxidation resistance tests were carried out and the effect of the phase composition of the coatings on the heat resistance characteristics was evaluated.

*Keywords:* intermetallic, aluminides of titanium, electron beam surfacing.

**Введение.** Сплавы на основе титана имеют широкое применение в авиастроении при производстве, как корпусов, так и газотурбинных двигателей. Широкое применение титана обусловлено комплексом его свойств, среди которых следует отметить низкую плотность, высокую механическую прочность и коррозионную стойкость. Однако в условиях эксплуатации при повышенных температурах, титан активно взаимодействует с газами атмосферы, а также обладает высокой ползучестью [1]. Решением отмеченных проблем является нанесение специальных покрытий, которые способны повысить жаростойкость, износостойкость, а также снизить степень деформации материала в

условиях высокотемпературной деформации. Материалами, сочетающими такие свойства как износо- и жаростойкость, являются различного рода интерметаллиды. Однако наиболее востребованными в промышленном производстве являются интерметаллиды на основе титана и алюминия. Они сочетают в себе такие свойства, как высокая твердость, упругость, жаропрочность, стойкость к окислению и коррозии, низкая плотность, и являются в настоящее время перспективными материалами для аэрокосмической отрасли [2]. Так, например, сплавы на основе  $\gamma$ -TiAl предназначены для изготовления лопаток газотурбинных двигателей и способны работать при температуре до 800 °С [3].

Цель данной работы – изучение возможности формирования высококачественных покрытий на основе интерметаллидов системы Ti–Al, на заготовках из технически чистого титана, и оценка влияния фазового состава полученных покрытий на их стойкость к окислению.

**Материалы и методы.** Покрытия наносились на технически чистый титан, из которого были вырезаны образцы габаритных размеров: 100 x 50 x 12 мм. На заготовки наносились смеси порошков алюминия, титана и флюса, взятые в различных соотношениях. Режимы электронно-лучевой наплавки приведены в табл. 1.

Таблица 1

Режимы электронно-лучевой наплавки интерметаллидных покрытий на титан и элементный состав сформированных слоев

Образец		Весовая доля элемента в исходной насыпке, г			Насыпная масса, г/см <sup>2</sup>	Ток пучка, мА	Скорость перемещения образца, мм/с	Элементный состав покрытий, % атм	
№	Обозначение	Ti	Al	LiF (флюс)				Ti	Al
1	Ti–Al(10/35)	10	35	55	0,45	18	10	40.7	59.3
2	Ti–Al(25/25)	25	25	50				60.0	40.0
3	Ti–Al(32/20)	32	20	48				70.6	29.4
4	Ti–Al(38/15)	38	15	47				76.3	23.7
5	Ti–Al(45/10)	45	10	45				84.6	15.4
6	Ti–Al(51/5)	51	5	44				93.3	6.7

Металлографические исследования образцов были выполнены на микроскопе Carl Zeiss Axio Observer Z1m в режиме дифференциально-интерференционного контраста. Подготовка образцов осуществлялась по стандартной методике, включающей шлифовку и полировку поверхностей микрошлифов. Для проведения структурных исследований использовался растровый электронный микроскоп Carl Zeiss EVO 50 XVP. Элементный состав образцов определялся методом микрорентгеноспектрального анализа с использованием детектора X-Act (Oxford Instruments). Съемка

травленных поверхностей микрошлифов велась в режиме вторичных электронов. Фазовый анализ наплавленных слоев проводился с помощью рентгеновского дифрактометра ARL X'TRA X-ray. Съемка осуществлялась в пошаговом режиме с шагом  $0,05^\circ$ . Время накопления на точку составило 2 с.

Для проведения испытаний на стойкость к окислению, покрытия отрезали от материала основы; размер образцов составлял  $10 \times 20 \times 0,5$  мм. Испытания проводили в лабораторной печи при  $800^\circ\text{C}$  в воздушной атмосфере. Общее время испытаний составило 100 часов.

Количественный анализ состава оксидных пленок проводился с помощью рентгенофлуоресцентного спектрометра ARL OPTIM'X (Thermo Fisher Scientific).

**Результаты исследований и их обсуждение.** Результаты элементного анализа образцов представлены в табл. 1. Фактическая концентрация титана в покрытиях была выше, чем в исходных порошковых смесях, что связано с разбавлением поверхностных слоев материалом основы. Рентгенограммы, приведенные на рис. 1, свидетельствуют о том, что основными фазами в поверхностных слоях титановых заготовок, легированных алюминием, являются соединения на основе титана и алюминия. Это объясняется тем, что в процессе ЭЛН происходит переплавление и реакция между компонентами наплавочных смесей и материала основы.

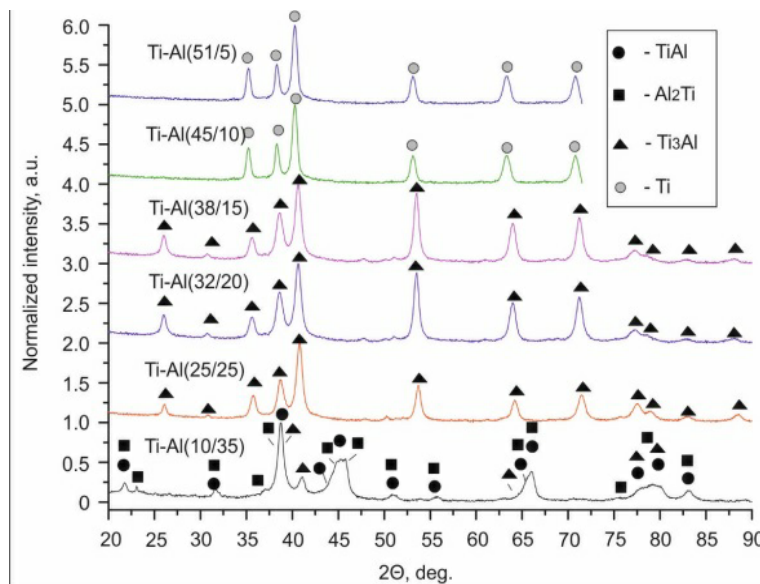


Рис. 1. Результаты рентгенофазового анализа покрытий системы Ti–Al, сформированных на титановых основах

На рис. 2 приведены результаты оптической металлографии образцов Ti–Al(10/35), Ti–Al(25/25) и Ti–Al(38–15). С уменьшением содержания алюминия в покрытии размер кристаллитов уменьшается.

Кроме того, количество трещин и дефектов в покрытиях снижается с уменьшением содержания алюминия.

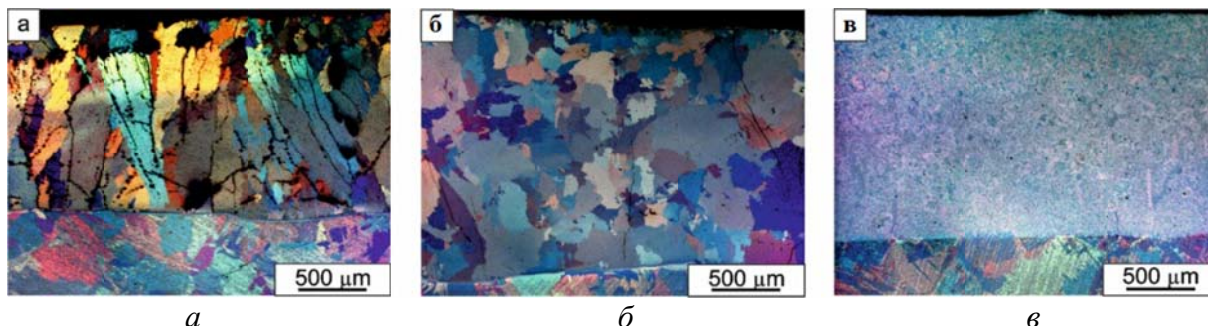


Рис. 2. Результаты оптической металлографии покрытий: *а* – Ti–Al(10/35); *б* – Ti–Al(25/25); *в* – Ti–Al(38–15). Снимки сделаны в режиме дифференциально-интерференционного контраста

Результаты испытаний на стойкость к окислению приведены на рис. 3. Все полученные покрытия обладали более высокой стойкостью к окислению по сравнению с технически чистым титаном.

Среди анализируемых материалов наилучший результат был зафиксирован для образца с наибольшим содержанием алюминия – Ti–Al(10/35); прирост массы составил 2,5 г/см<sup>2</sup>. Прирост массы образца Ti–Al(45/10) был максимальным (12,48 г/см<sup>2</sup>), однако относительно титана полученное значение было в 2 раза ниже. Покрытия, содержащие в составе единственную фазу – Ti<sub>3</sub>Al характеризовались примерно одинаковой стойкостью к окислению (в диапазоне от 7,17 до 8,66 г/см<sup>2</sup>).

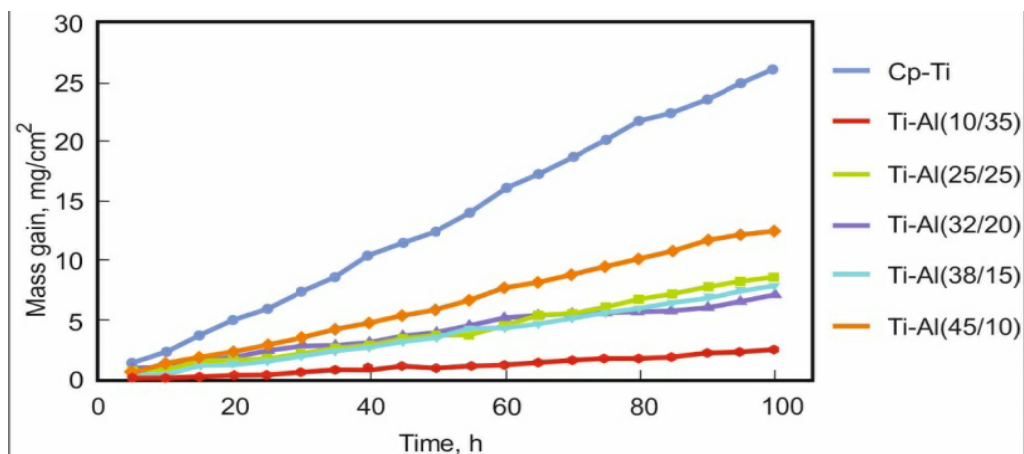


Рис. 3. Кинетика окисления образцов при 800 °С в воздушной атмосфере

Оксидная пленка, сформированная на покрытиях, состоит преимущественно из оксида титана с примесью оксида алюминия, о чем свидетельствует количественный анализ, результаты которого приведены в табл. 3. Полученные результаты согласуются с литературными данными,

свидетельствующими о том, что Al повышает жаростойкость титановых сплавов.

Таблица 3

Результаты количественного анализа состава оксидных пленок, сформированных на покрытиях в процессе окисления

Материалы	BT1-0	Ti-Al (10/35)	Ti-Al (25/25)	Ti-Al (45/10)
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , вес. %	4.6	21.41	18.02	14.22
TiO <sub>2</sub> , вес. %	93.64	77.82	80.02	83.93
Другие, вес. %	1.76	0.77	1.96	1.85

**Выводы.** Вневакуумная электронно-лучевая наплавка смесей порошков алюминия и титана позволяет сформировать массивные интерметаллидные покрытия на заготовках из титановых сплавов. Фазовый состав покрытий изменяется пропорционально соотношению титана и алюминия в исходной порошковой насыпке от AlTi+Ti<sub>3</sub>Al до твердого раствора алюминия в титане. Чем выше концентрация Al и содержания богатых алюминием фаз в наплавляемой смеси, тем выше жаростойкость полученного покрытия.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Ильин А. А. Титановые сплавы. Состав, структура, свойства: справочник / А. А. Ильин, Б. А. Колачев, И. С. Полькин. Москва : ВИС-МАТИ. 2009. 520 с.
2. Sauthoff G. Intermetallics, VCH, Weinheim, 1995. 165 p.
3. Appel F. Gamma Titanium Aluminide Alloys: Science and Technology / F. Appel, J. D. H. Paul, M. Oehring // Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA. 2011. P. 465–478.



***А. Е. Иванов<sup>\*</sup>, В. А. Пожого, О. Н. Гвоздева***

Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет),  
г. Москва

<sup>\*</sup>*alexey\_24@list.ru*

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук *С. В. Скворцова*

## ВЛИЯНИЕ БИМОДАЛЬНОЙ СТРУКТУРЫ НА МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СПЛАВА Ti–14Al–3Nb–3V–0,5Zr

В работе определены кратковременные механические свойства сплава Ti–14Al–3Nb–3V–0,5Zr при температурах 20° и 700 °С. Показано, что использование обратимого легирования водородом позволяет создать в жаропрочном сплаве, содержащем малую объемную долю  $\beta$ -фазы, бимодальные структуры с различными соотношением объёмных долей и размерами структурных составляющих  $\alpha_2$ -фазы, обладающие повышенным комплексом механических свойств.

*Ключевые слова:* жаропрочный титановый сплав, интерметаллид, алюминид, термоводородная обработка, вакуумный отжиг.

***V. A. Pozhoga, A. E. Ivanov, O. N. Gvozdeva***

## INFLUENCE OF BIMODAL STRUCTURE ON MECHANICAL PROPERTIES OF Ti–14Al–3Nb–3V–0.5Zr ALLOY

In this work short-term mechanical properties of Ti–14Al–3Nb–3V–0.5Zr alloy are determined at the temperatures of 20° and 700°C. It is shown that reversible hydrogen alloying allows obtaining in the heat-resistance alloy with low volume fraction of  $\beta$ -phase bimodal structures with different volume fractions ratio and sizes of  $\alpha_2$ -phase structural constituents and advanced mechanical properties complex.

*Keywords:* heat-resistant titanium alloy, intermetallic, aluminide, thermohydrogen processing, vacuum annealing.

Данное исследование является продолжением работ, результаты которых были ранее опубликованы [1, 2]. Данные работы показывают, что формирование структуры при вакуумном отжиге в первую очередь определяется его температурой. Наиболее эффективный вакуумный отжиг, для титановых сплавов, проводится при температурах порядка 800–900 °С [3]. Проведенный вакуумный отжиг при таких температурах в исследуемом сплаве выявил, что процесс роста первичной  $\alpha_2$ -фазы преобладает над процессами её зарождения и в результате формируется структура содержащая глобулярные частицы первичной  $\alpha_2$ -фазы (объемная доля  $\beta$ -

фазы составляет менее 10 %) (рис. 1, а). А процесс формирования бимодальной структуры, в исследуемом сплаве, проходит при условии, когда процессы зарождения вторичной  $\alpha_2$ -фазы будут преобладать над процессами роста первичной. Поэтому, для получения бимодальной структуры в опытном жаропрочном сплаве Ti–14Al–3Nb–3V–0,5Zr был проведен двухступенчатый вакуумный отжиг. При температуре вакуумного отжига 850 °С в опытных образцах формируется структура с объемной долей первичной глобулярной  $\alpha_2$ -фазы около 50 %, мелкодисперсной вторичной  $\alpha_2$ -фазой и  $\beta$ -фазой (в прослойках), составляющих 40 % и 10 %, соответственно (рис. 1, б). При температуре 950 °С заметно укрупнение структурных составляющих первичной  $\alpha_2$ -фазы (рис. 1, в). Объемная доля  $\alpha_2$ -фазы составляет около 70 %.

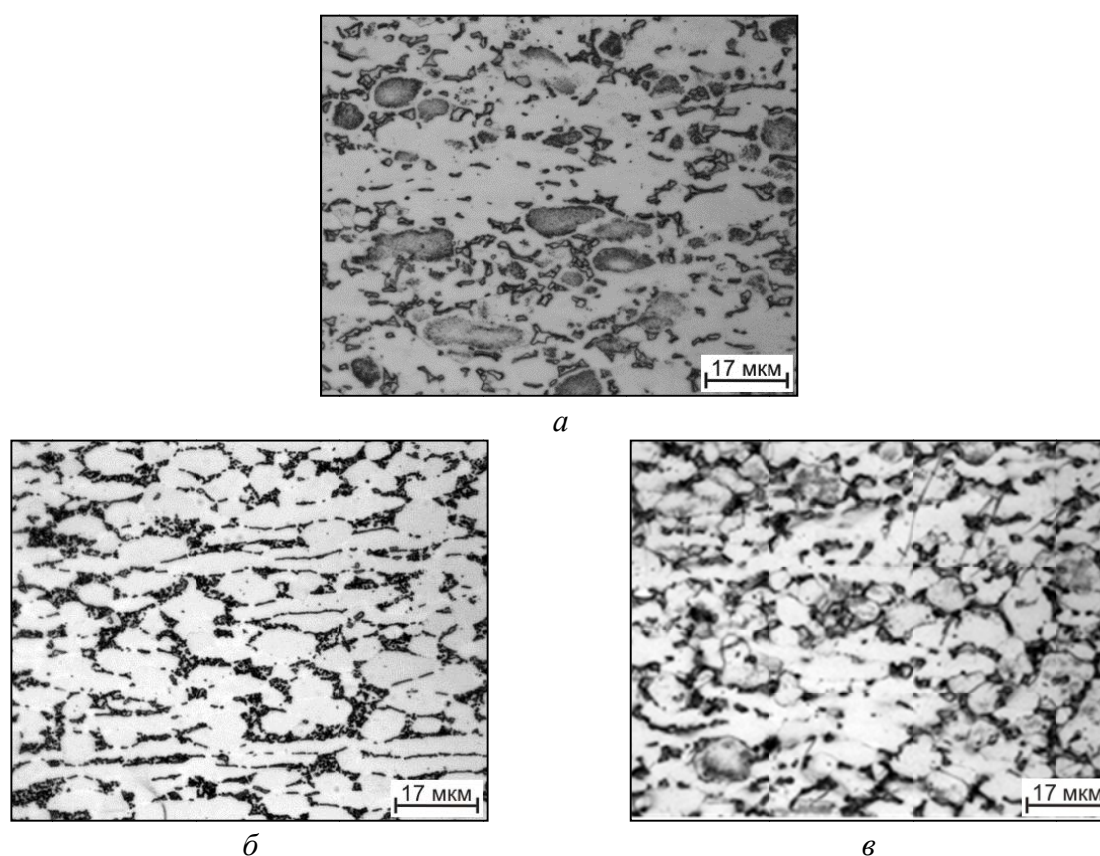


Рис. 1. Микроструктуры из опытного сплава Ti–14Al–3Nb–3V–0,5Zr после одноступенчатого вакуумного отжига при температуре 950 °С (а) и двухступенчатого вакуумного отжига при температуре 550 и 850 °С (б) и 950 °С (в)

В данной работе были проведены исследования на влияние параметров полученных структур на механические свойства опытного сплава при нормальной и повышенной температурах. Под механические испытания на растяжение были подготовлены стандартные образцы с толщиной рабочей части 2 мм. В ходе испытаний записывали первичные диаграммы растяжения в координатах «нагрузка–удлинение».

Прочностные характеристики определяли по диаграммам, пластические – по испытанным образцам и диаграммам, используя стандартные методики.

Проведенные испытания, при нормальной температуре, на растяжение и ударную вязкость представлены в табл. 1. У образцов с бимодальной структурой наблюдается более высокие прочностные характеристики, чем у образцов с равноосной структурой. Наилучший результат предела прочности и текучести показывает сплав с бимодальной структурой, содержащий около 70 % первичной  $\alpha_2$ -фазы.

Таблица 1

Механические испытания опытного сплава с различной структурой при нормальной температуре

Режим предварительной обработки	Температура вакуумного отжига, °C	Тип структуры, количество первичной $\alpha_2$ -фазы, %	$\sigma_B$ , МПа	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\delta$ , %	$\psi$ , %	KCU МДж/м <sup>2</sup>
НО при 850 °C до 0,44 %, прокатка при 800 °C	550 + 850	Бимодальная, 50	1170	1020	1,7	2,2	0,08
	550 + 950	Бимодальная, 70	1190	1060	2,1	3,9	0,11
	850	Равноосная $\alpha_2$ , 90	1110	980	3,6	4,8	0,16

При уменьшении количества и размера первичной  $\alpha_2$ -фазы прочностные характеристики снижаются, так же опытный сплав с бимодальной структурой содержащий около 50 % первичной  $\alpha_2$ -фазы имеет минимальную пластичность, при чем наблюдалось разрушение образцов при проводимом испытании. Данное поведение образцов можно объяснить, тем, что пластическая деформация, протекающая при нормальной температуре, практически подавляет дислокационные механизмы, проходящие в дисперсной ( $\alpha_2+\beta$ )-структуре.

С другой стороны, когда структура сплава представлена преимущественно первичной  $\alpha_2$ -фазой, прочность и пластичность сплава зависят только от сопротивления пластической деформации этой структурной составляющей. При этом достигаются максимальные значения относительных удлинения и сужения при нормальной температуре – соответственно 3,6 и 4,8 %.

Наилучшие прочностные и пластические характеристики достигаются в опытном сплаве с бимодальной структурой, содержащей около 70 % первичной  $\alpha_2$ -фазы. По-видимому, именно такая структура, включающая в себя, помимо первичной  $\alpha_2$ -фазы, частицы вторичной  $\alpha_2$ -фазы и  $\beta$ -прослой, осуществляет появление дислокационных механизмов.

Полученные в ходе работы результаты ударной вязкости имеют те же тенденции и хорошо связаны с характеристиками пластичности при растяжении. При этом абсолютные величины ударной вязкости в сплаве очень малы, что подтверждает высокую чувствительность сплава к концентрации напряжений при динамическом нагружении (см. табл. 1).

Механические свойства опытного сплава при температуре 700 °С, также изучали на образцах со сформированной бимодальной структурой, содержащей около 50 и 70 % первичной  $\alpha_2$ -фазы, а так же структурой, которая имеет около 90 % равноосной первичной  $\alpha_2$ -фазы. Результаты данных испытаний представлены в табл. 2.

Таблица 2

Механические свойства опытного сплава при температуре 700°С

Режим предварительной обработки	Температура вакуумного отжига, °С	Тип структуры, количество первичной $\alpha_2$ -фазы, %	$\sigma_B$ , МПа	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\delta$ , %	$\psi$ , %
НО при 850 °С до 0,44 %, прокатка при 800 °С	550 + 850	Бимодальная, 50	780	710	36,0	44,0
	550 + 950	Бимодальная, 70	730	630	38,2	46,7
	850	Равноосная $\alpha_2$ , 90	800	620	39,0	48,2

Анализ этих результатов показывает, что при всех полученных в результате термоводородной обработки структурных состояниях достигаются достаточно высокие показатели как прочности, так и пластичности. Наилучшее сочетание прочностных и пластических характеристик имеет сплав с бимодальной структурой, представленной 50 % первичной  $\alpha_2$ -фазы и смесью вторичной  $\alpha_2$ - и  $\beta$ -фаз.

Таким образом, исследования показали, что использование обратимого легирования водородом позволяет создать в жаропрочном сплаве, содержащем малую объемную долю  $\beta$ -фазы, бимодальные структуры с различным соотношением объёмных долей и размеров структурных составляющих  $\alpha_2$ -фазы, обладающих повышенным комплексом механических свойств.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Гвоздева О. Н. Влияние температуры нагрева на формирование фазового состава и структуру опытного жаропрочного титанового сплава на основе  $Ti_3Al$ , легированного водородом / О. Н. Гвоздева, В. А. Пожого, А. А. Орлов // Уральская школа молодых металлосведов: сборник материалов и докладов XVII Международной научно-технической Уральской школы-семинара металлосведов – молодых ученых (Екатеринбург, 7–11 декабря 2015 г.). В 2 ч. Ч. 2. Екатеринбург : УрФУ, 2015. С. 97–99.
2. Пожого В. А., Формирование бимодальной структуры в опытном жаропрочном сплаве на основе алюминида титана / В. А. Пожого, О. З. Умарова, А. Е. Иванов // Уральская школа молодых металлосведов: сборник материалов. XVII Международной научно-технической Уральской школы-семинара металлосведов – молодых ученых (Екатеринбург, 5–9 декабря 2016 г.). В 2 ч. Ч. 1. Екатеринбург : УрФУ, 2016. С. 161–165.
3. Водородная технология титановых сплавов / А. А. Ильин [и др.]. Москва : МИСИС. 2002. 392 с.

УДК 669.295:621.762

**М. А. Герман<sup>\*</sup>, А. В. Бачеев, А. О. Жидович**

Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет),  
г. Москва

<sup>\*</sup>*ferrarigerman@gmail.com*

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук С. В. Скворцова

## СТРУКТУРА И СВОЙСТВА ИЗДЕЛИЙ ИЗ ТИТАНОВОГО СПЛАВА, ПОЛУЧЕННЫХ ПРИ ПОМОЩИ 3D-ТЕХНОЛОГИЙ

В рамках данной работы было изучено влияние обратимого легирования водородом на преобразование структуры и свойства образцов из титанового сплава Ti–6Al–4V, полученных методом селективного лазерного сплавления (SLM).

*Ключевые слова:* титановый сплав, аддитивные технологии, порошковая металлургия, селективное лазерное сплавление, 3D-технологии, 3D-принтер, термическая обработка, термоводородная обработка.

**М. А. German, A. V. Bacheeva, A. O. Zhidovich**

## STRUCTURE AND PROPERTIES OF PRODUCTS MADE OF TITANIUM ALLOY OBTAINED BY 3D-MANUFACTURING

The effect of reversible hydrogen alloying on structure formation and properties in Ti–6Al–4V alloy samples obtained by selective laser melting (SLM) method was investigated in this work.

*Keywords:* titanium alloy, additive manufacturing, powder metallurgy, selective laser melting, 3D-technology, 3D-printer, thermohydrogen processing.

На первом этапе работы были изучены структура, твердость и плотность образцов в исходном состоянии после селективного лазерного сплавления (SLM): Металлографический анализ показал, что структура образцов представлена мартенситом  $\alpha'$ . Твердость образцов колеблется от 35 до 38 ед. HRC. Плотность, определенная методом гидростатического взвешивания, составила 4,42 г/см<sup>3</sup>.

На следующем этапе работы была изучена структура образцов после вакуумного отжига. Отжиг проводили в вакууме для предотвращения окисления. Для исследований было выбрано две температуры 820°C и 850°C. После отжига формируется структура, представленная  $\alpha$ -фазой, имеющей пластинчатую морфологию, «наследуемую» от исходной

структуры мартенсита, и небольшим количеством  $\beta$ -фазы. С повышением температуры отжига более четко выявляется  $\alpha$ -оторочка по границам  $\beta$ -зерен. Немного измельчить структуру удалось при помощи двухступенчатого вакуумного отжига. Твердость образцов составила 35 ед. HRC. Плотность образцов после проведения вакуумного отжига не изменилась.

Имея положительный опыт [1] влияния термоводородной обработки на структуру и свойства, на следующем этапе работы была оценена возможность преобразования структуры и управление свойствами 3D-образцов с помощью термоводородной обработки.

Наводороживающий отжиг 3D-образцов из сплава Ti–6Al–4V проводили до концентрации 0,6 % по массе при двух температурах: 850 °C, что соответствовало  $\beta$ -области, и 750 °C, что соответствовало  $(\alpha+\beta)$ -области после завершения процесса. Наводороживающий отжиг в  $(\alpha+\beta)$ -области был совмещён с вакуумным отжигом. Для этого образцы вначале нагревали в вакууме до 820 °C, выдерживали в течении 2 часов, а затем понижали температуру до 750 °C и начинали процесс наводороживания. После завершения поглощения водорода, образцы выдерживали при температуре наводороживающего отжига при равновесном давлении водорода в течение 3 часов для завершения диффузионных процессов. Охлаждение до комнатной температуры проводили со скоростью 1 К/с.

Введение в 3D-образцы 0,6 % водорода при температуре 850 °C с последующим охлаждением до комнатной температуры приводит к формированию  $\beta$ -структуры с небольшим количеством  $\alpha'$ -мартенсита (рис. 1, а, б).

Наводороживание в двухфазной области приводит к формированию трёхфазной  $(\alpha+\alpha_2+\beta)$ -структуры (рис. 1, в, г). Под действием водорода происходит перераспределение легирующих элементов между  $\alpha$ - и  $\beta$ -фазами, что создает условия для протекания в микрообъемах  $\alpha$ -фазы процессов упорядочения [2]. Это подтверждается появлением на дифрактограммах сверхструктурных рефлексов, характерных для  $\alpha_2$ -фазы (рис. 1, г). Так же следует отметить, что в структуре отчетливо видны участки с мартенситной структурой. (рис. 1, в). Данная картина может объясняться химической неоднородностью порошка.

Окончательной операцией термоводородной обработки является вакуумный отжиг. Он необходим не только для преобразования структуры, но и для снижения содержания водорода в сплаве до безопасных концентраций.

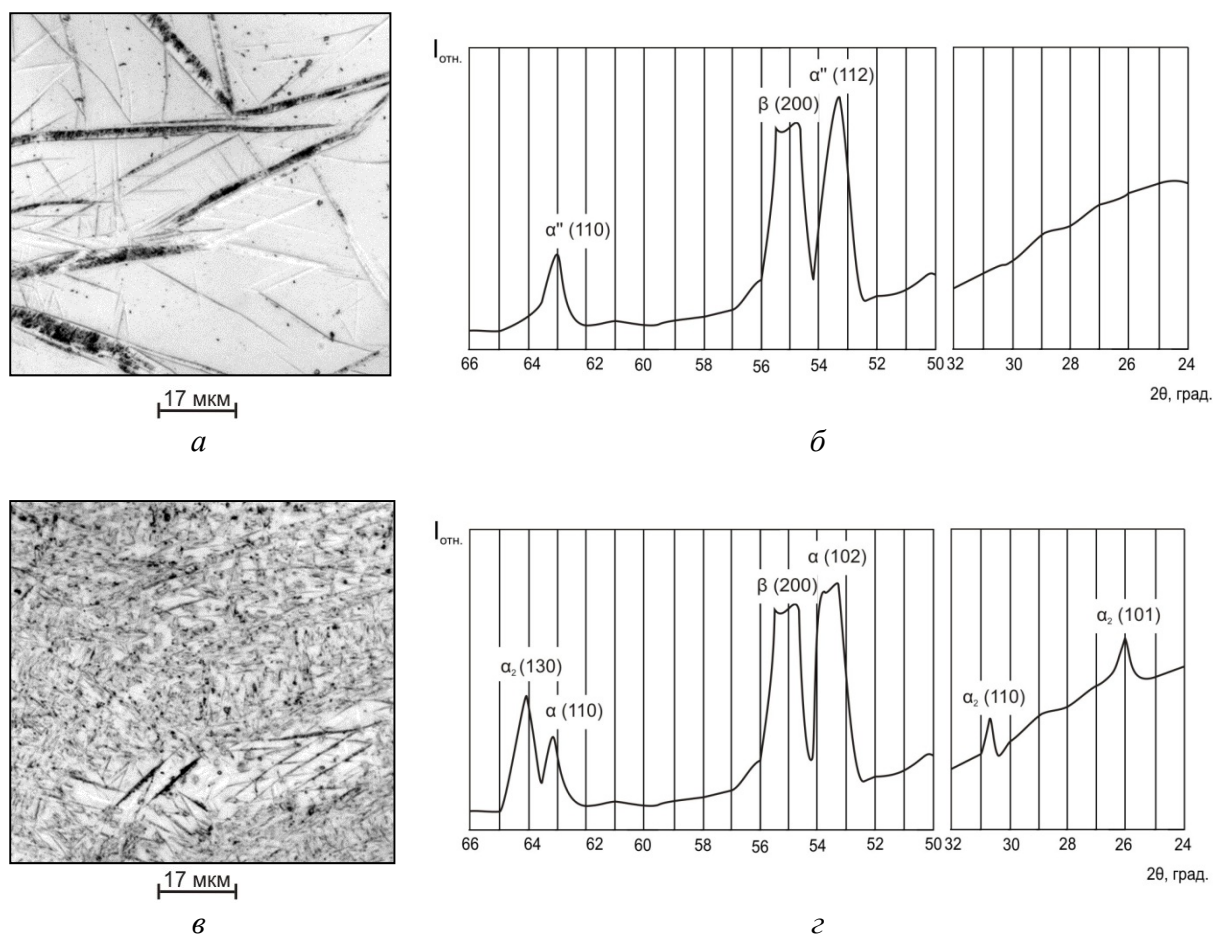


Рис. 1. Микроструктура и участки дифрактограмм 3D-образцов из сплава Ti–6Al–4V после наводороживающего отжига при температурах: а, б – 850 °С и в, г – 750 °С до концентрации 0,6 % Н

Для проведения вакуумного отжига было выбрано несколько режимов отжига:

- при температуре 820 °С, выдержка 4 часа;
- при температуре 625 °С, выдержка 8 часов
- при температуре 550 °С, выдержка 3 часа, нагрев до 820 °С, выдержка 4 часа.

Металлографический анализ показал, что образцы, наводороженные при температуре 850 °С, т. е. в  $\beta$ -области, после вакуумного отжига имеют  $(\alpha+\beta)$ -структуру. Так как после наводороживающего отжига в структуре присутствовал мартенсит, то при вакуумном отжиге  $\alpha$ -фаза наследует его пластинчатую морфологию (рис. 2). При ступенчатом и низкотемпературном вакуумном отжиге наблюдается измельчение структуры. Благодаря более низкой диффузионной подвижности основных легирующих элементов по сравнению с водородом при  $\beta \rightarrow \alpha$ -превращении процессы зарождения новых частиц  $\alpha$ -фазы преобладают над процессами



их роста. Структура после данных режимов значительно мельче (рис. 2, б, в) по сравнению со структурой после вакуумного отжига при 820 °С (рис. 2, а). Измельчение структуры приводит к увеличению твёрдости от 34 ед. HRC после вакуумного отжига при 820 °С до 39 ед. HRC после вакуумного отжига при 625 °С (рис. 2).

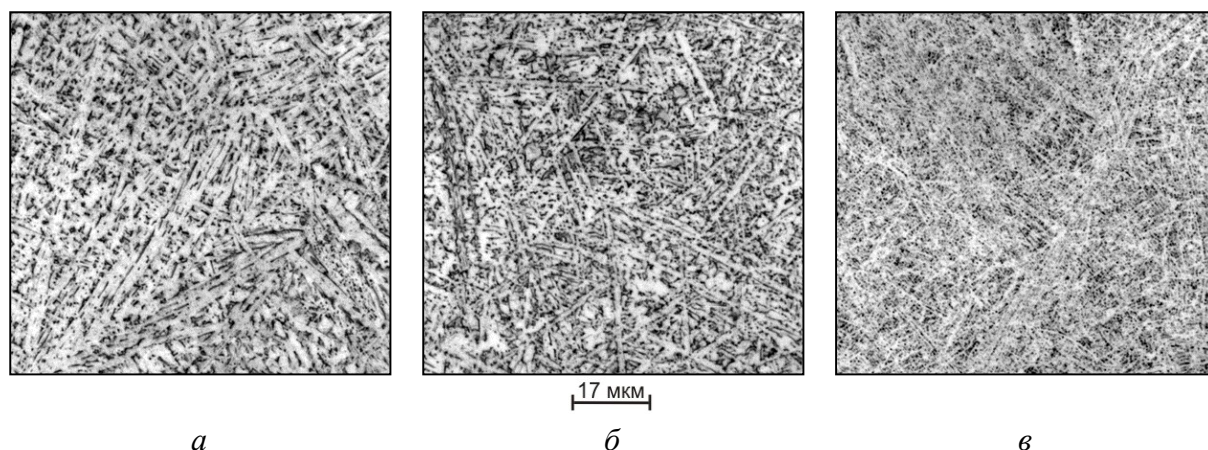


Рис. 2. Микроструктура 3D-образцов из сплава Ti–6Al–4V после наводороживающего отжига при 850 °С и последующего вакуумного отжига при температурах:  
а – 820 °С; б – 550 °С + 820 °С; в – 625 °С

Одноступенчатый отжиг при 820 °С и ступенчатый вакуумный отжиг образцов, наводороженных при 750 °С, т. е. в  $(\alpha+\beta)$ -области, приводит к формированию равновесной  $(\alpha+\beta)$ -структуры (рис. 3, а, б). После низкотемпературного вакуумного отжига при 625 °С формируется трёхфазная  $(\alpha_{\text{дег}}+\beta+\alpha_2)$ -структура. Формирующаяся структура существенно отличается от всех рассмотренных выше: отсутствует  $\alpha$ -«оторочка» и крупных пластин  $\alpha$ -фазы. Дисперсность структурных составляющих увеличивается с понижением температуры вакуумного отжига. Однако это практически не сказывается на значениях твёрдости, которая составляет 34–35 ед. HRC. Невысокая твёрдость 3D-образцов с дисперсной структурой (рис. 3, в) обусловлена тем, что вследствие перераспределения алюминия в процессе наводороживающего отжига в  $(\alpha+\beta)$ -области и средоточения его в частицах первичной  $\alpha$ -фазы, происходит обеднение им матрицы ( $\beta$ -фазы). Образующаяся при дегазации из обеднённой алюминием  $\beta$ -фазы  $\alpha$ -фаза имеет пониженное содержание алюминия. Таким образом, с одной стороны диспергация структуры должна приводить к увеличению твёрдости, с другой стороны, имеет место твёрдорастворное разупрочнение. Этим объясняются невысокие значения твёрдости.

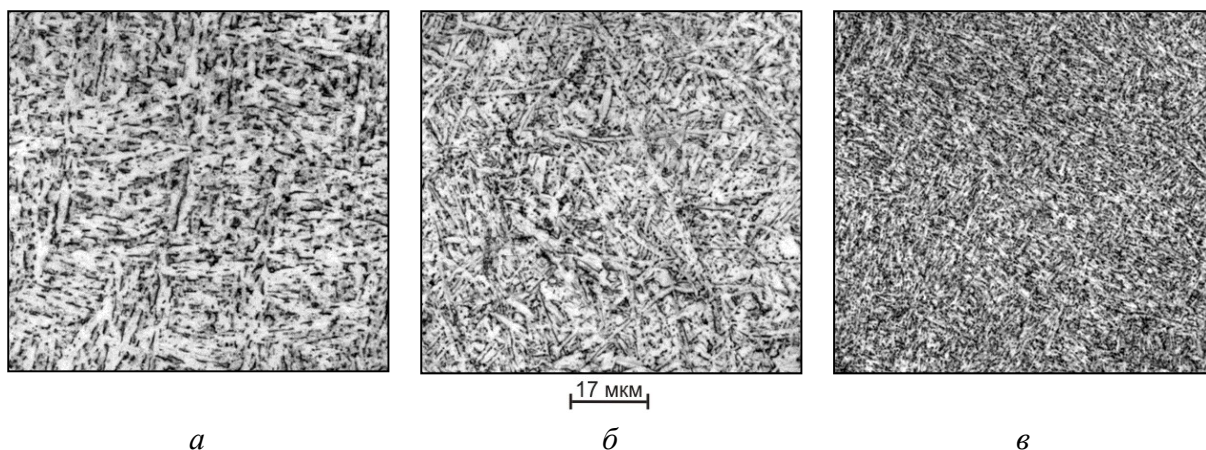


Рис. 3. Микроструктура 3D-образцов из сплава Ti–6Al–4V после наводороживающего отжига при 750 °С и последующего вакуумного отжига при температурах:  
*a* – 820 °С; *б* – 550 °С + 820°С; *в* – 625 °С

*Работа выполнена с использованием оборудования ресурсного центра коллективного пользования «Авиационно-космические материалы и технологии» МАИ.*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Водородная технология титановых сплавов / А. А. Ильин [и др.]. Москва : «МИСИС», 2002. 392 с.
2. Ильин А. А. Механизмы и кинетика фазовых и структурных превращений в титановых сплавах / А. А. Ильин. Москва : Наука ,1994. 304 с.

***А. А. Борисов<sup>\*</sup>, А. П. Нейман, В. А. Пожого***

Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет) (МАИ), Москва

*\*wypukborisov@gmail.com*

Научный руководитель – к.т.н., проф. кафедры «МиТОМ» Д. Е. Гусев

## **ВЛИЯНИЕ СТРУКТУРЫ И УСЛОВИЙ ИСПЫТАНИЙ НА ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКОЕ ПОВЕДЕНИЕ СПЛАВОВ НА ОСНОВЕ НИКЕЛИДА ТИТАНА С ЭФФЕКТОМ ПАМЯТИ ФОРМЫ**

Как известно механическое поведение сплавов на основе никелида титана зависит от многих факторов, таких как температура испытания, степень наведенной деформации и др. Важной характеристикой является предельная степень наведенной деформации, превышение которой приводит к необратимому накоплению остаточной деформации.

*Ключевые слова:* никелид титана, эффект памяти формы, мартенситное превращение, механизм, отжиг, структура.

***A. A. Borisov, A. P. Neiman, V. A. Pozhoga***

## **INFLUENCE OF STRUCTURE AND TEST CONDITIONS ON THERMOMECHANICAL BEHAVIOR OF ALLOY BASED ON NICKELODEON TITANIUM WITH MEMORY EFFECT OF FORM**

As is known, the mechanical behavior of titanium nickelide-based alloys depends on many factors, such as the test, the degree of induced deformation, etc. An important characteristic is the limiting degree of induced deformation, the excess of which leads to an irreversible accumulation of residual deformation.

*Keywords:* nickel titanium, shape memory effect, martensitic transformation, mechanism.

Сплавы обладающие эффектом памяти формы (ЭПФ) используются в авиакосмической технике, машиностроении и медицине для создания трансформирующихся конструкций, термомеханических исполнительных элементов и соединений, различных температурных датчиков. Для этих целей в настоящее время используют, в основном, сплавы на основе титана и никелида титана. Они обладают отличной коррозионной стойкостью, высоким комплексом механических свойств и характеристик ЭПФ. Однако, многие закономерности реакции ЭПФ, определяющие условия работы конструкций изучены еще недостаточно. Так полностью не установлена связь механизмов деформации на характеристик ЭПФ и механическое поведение - температур начала и конца восстановления

формы ( $A_n^B$ ,  $A_k^B$ ) – со степенью наведенной ( $\gamma_n$ ,  $\varepsilon_n$ ) или остаточной ( $\gamma_o$ ,  $\varepsilon_o$ ) деформаций восстановленной степени деформации ( $\gamma_b$ ,  $\varepsilon_b$ ), критические напряжения и деформации ( $\tau_{кр}^{0,3}$ ,  $\gamma_{кр}^{0,3}$ ) для различных структурных состояний материала при различных схемах испытания.

Таким образом, изучение термомеханического поведения сплавов на основе никедила титана, обладающими ЭПФ, зависящих от закономерностей влияния механизмов деформации при различных условиях испытаний, является актуальной проблемой в современном материаловедении, имеющей важное практическое значение для многих производственных отраслей.

Исследования проводили на образцах, вырезанных из проволоки с различным содержанием Ti и Ni, в пределах состава сплава ТН1 согласно ТУ 1–809–394–84 (табл. 1).

Таблица 1

Химический состав исследованных сплавов ТН1

Обозначение	Содержание легирующих элементов и примесей, (не более) % масс.								
	Ti	Ni	Fe	Si	Co	C	N	O	H
Сплав 1	основа	55,7	0,1	0,15	0,01	0,018	0,009	0,17	0,0015
Сплав 2	основа	54,7	0,1	0,1	0,01	0,023	0,009	0,16	0,0017
Сплав 3	основа	55,8	0,05	0,01	0,016	0,012	0,005	0,012	0,0011
ТУ 1–809–394–84	основа	55,3 – 56,5	0,3	0,15	0,2	0,1	0,05	0,2	0,13

Проведенные металлографические исследования показали, что в образцах из сплава 1 наблюдается большая объемная доля интерметаллида  $Ti_2Ni$ , который представлен равноосными частицами, неоднородно распределенными по сечению образцов. На основании полученных данных можно предположить, что на температуры мартенситного превращения (МП) и механическое поведение сплава, кроме химического состава сплава, влияет и количество интерметаллида  $Ti_2Ni$ .

Изменение температур МП по отношению к температуре испытаний оказывает существенное влияние на механизмы механического поведения сплава.

Поэтому для изучения смены механизмов формоизменения материала при его механическом нагружении путем испытания на кручение, были построены графики зависимости остаточной деформации от температуры.

С помощью полученных кривых можно установить, при какой наведенной деформации в образце развивается скольжение. Далее по этим

кривым деформации были определены напряжения, при которых в сплаве начинают интенсивно развиваться процессы МП под напряжением и/или процессы переориентации пластин мартенсита. Результаты измерения напряжений, при которых происходят сдвиговые процессы, приведены в табл. 2.

Таблица 2

Характеристики термомеханического поведения образцов сплава ТН1 (сплав № 1) после отжига при различных температурах

№ п/п	Температура отжига	Характеристики				
		$\tau_{0,3}$ ; МПа	$\tau_{кр}^{0,3}$ ; МПа	$\gamma_{кр}^{0,3}$ ; %	$A_H^B$	$A_K^B$
1	450	121	185	5,7	19	36
2	500	39	190	6,9	21	41
3	550	176	386	9	$< 10^\circ\text{C}$	$< 10^\circ\text{C}$
4	800	240	441	7,5	$< 0^\circ\text{C}$	$< 0^\circ\text{C}$

Отжиг сплава при 450 °С приводит к выделению мелкодисперсных когерентных с В2-матрицей частиц интерметаллида  $Ti_3Ni_4$ . Это приводит к затруднению протекания МП в результате чего напряжения скольжения достигаются при меньших величинах деформации.

При температуре отжига 500 °С в сплаве образуются частицы богатого никелем интерметаллида глобулярной формы и уровень напряжений вокруг них не такой большой, как после отжига при 450 °С.

Для сплава после отжига при 550 °С температура деформации лежит вблизи температуры  $A_K$ , поэтому сразу после снятия нагрузки протекает обратное превращение мартенсита напряжения в В2-фазу, т. е. происходит механотермический возврат деформации.

Таким же образом были изучены сплавы 2 и 3. Исходный фазовый состав образцов проволоки сплавов 2 и 3 представлен В2-фазой и интерметаллидом  $Ti_2Ni$  ( $Ti_4Ni_2O$ ), который распределен в В2-матрице и практически не меняет своей объемной доли и морфологии при термообработке по тем режимам, которые использовались в работе.

Следует отметить, что по данным металлографического исследования фазовый состав образцов сплава № 2 при отжигах в интервале 300–800°С не меняется.

В соответствии со структурными превращениями меняются и характеристики ЭПФ сплава ТН1 № 2 (табл. 3).

Для образцов ТН1 сплава № 3, характер изменения структуры и свойств от температуры отжига значительного отличается. Это в первую очередь отражается в сильной зависимости температур восстановления формы от температуры отжига.

Таблица 3

Характеристики термомеханического поведения образцов сплава ТН1 № 2 после отжига при различных температурах (выдержка 1 час)

№ п/п	Температура отжига	Характеристики				
		$\tau_{0,3}$ ; МПа	$\tau_{кр}^{0,3}$ ; МПа	$\gamma_{кр}^{0,3}$ ; %	$A_H^B$ ; °С	$A_K^B$ ; °С
1	–	160	420	7,5	34	46
2	450	150	280	8	37	46
3	500	150	250	8	36	45
4	550	110	200	8,5	38	46
5	800	110	200	9	35	44

Помимо выделения и растворения частиц  $Ti_3Ni_4$  и  $Ti_2Ni_3$  в образцах сплава № 3 протекают процессы полигонизации и рекристаллизации. Необходимо отметить, что в данных образцах эти процессы протекают более медленно и при более высоких (на 50 °С) температурах по сравнению с образцами сплава № 2. Такие особенности формирования структуры в образцах сплава № 3 отражаются на их механическом поведении и характеристиках ЭПФ, табл. 4.

После отжига при температурах 450 и 500 °С предел текучести и напряжения превращения снижаются. При этом сверхупругость при нормальной температуре сменяется накоплением остаточной деформации, устраняемой при последующем нагреве. Отжиг при температуре 550 °С и выше приводит к росту предела текучести и проявлению сверхупругости.

Таблица 4

Характеристики термомеханического поведения образцов сплава № 3 ТН1 после отжига при различных температурах (выдержка 1 час)

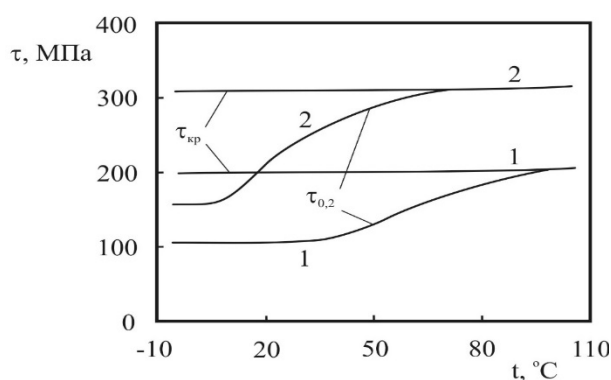
№ п/п	Температура отжига	Характеристики				
		$\tau_{0,3}$ ; МПа	$\tau_{кр}^{0,3}$ ; МПа	$\gamma_{кр}^{0,3}$ ; %	$A_H^B$ ; °С	$A_K^B$ ; °С
1	–	380	460	8	6	21
2	450	160	250	8	20	33
3	500	170	260	8,5	36	45
4	550	210	310	7,5	18	26
5	800	210	320	7,5	–5	1

Проведенные эксперименты позволяют прийти к следующим заключениям. Характеристики ЭПФ сплавов на основе никелида титана определяются одновременно несколькими факторами. Во-первых, напряжениями начала развития МП под нагрузкой или двойникования мартенсита. Они в основном зависят от соотношения температуры испытания и температур МП. Схематически эту зависимость можно

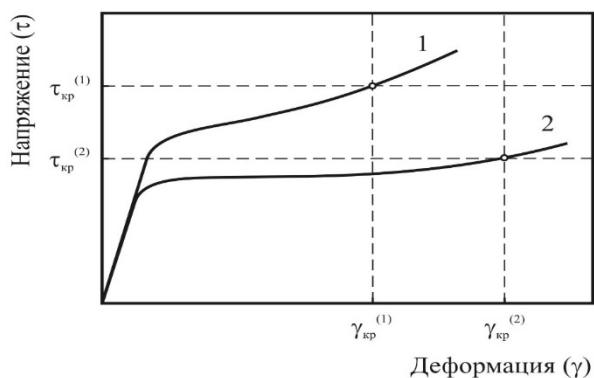
представить на рис. *а*. По мере снижения температуры испытаний до температуры начала МП  $\tau_{0,3}$  снижается до минимального уровня. При дальнейшем уменьшении температуры нагружения они остаются практически постоянными и отвечают напряжениям двойникования мартенсита. Это обуславливает более высокий предел текучести образцов сплава № 3 в рекристаллизованном состоянии по сравнению с образцами сплава № 2 в таком же состоянии, так как более легированный никелем сплав имеет более низкие температуры МП по сравнению со сплавом, содержащим больше титана.

Вторым фактором можно считать напряжения, при которых в материале развивается скольжение. Достижение таких напряжений приводит к накоплению остаточной деформации и необратимому формоизменению. Поэтому эти напряжения определяют критическую деформацию и напряжение материала.

Величина критической деформации зависит также от угла наклона кривой нагружения после начала развития МП или двойникования мартенсита. Этот угол будет определяться сопротивлением движению межфазной или двойниковой границы при деформации. При большом угле наклона кривой нагружения при деформации быстрее достигаются напряжения скольжения и критическая деформация минимальна, рис. *б*. При малом угле наклона даже при относительно небольшой разности напряжений МП и скольжения может достигаться значительная критическая деформация.



*а*



*б*

Рис. *а* – влияние температуры испытания на соотношение предела текучести ( $\tau_{0,3}$ ) и критических напряжений ( $\tau_{кр}^{0,3}$ ) в сплаве ТН1 (№ 2 и № 3) после отжига при 550 °С;

*б* – влияние критических напряжений ( $\tau_{кр}^{0,3}$ ) и угла наклона кривой нагружения на величину критических деформаций ( $\gamma_{кр}^{0,3}$ ): 2 – сплав с полигонизованной структурой, 3 – сплав с рекристаллизованной структурой

***А. Г. Илларионов<sup>1</sup>, Н. А. Баранникова<sup>1\*</sup>, Ф. В. Водолазский<sup>1</sup>,  
Я. И. Космацкий<sup>2</sup>, Е. А. Филяева<sup>3</sup>***

<sup>1</sup>Уральский федеральный университет имени первого Президента России

Б. Н. Ельцина, г. Екатеринбург

<sup>2</sup>ОАО «РосНИТИ», г. Челябинск

<sup>3</sup>ООО «ТМК НТЦ», г. Челябинск

\**n.a.barannikova@yandex.ru*

## **СТРУКТУРА, ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И ТВЕРДОСТЬ ГОРЯЧЕДЕФОРМИРОВАННОЙ ЗАГОТОВКИ ИЗ СПЛАВА Ti–3Al–2,5V**

Исследованы макро-, микроструктура, фазовый состав темплета, вырезанного из горячедеформированной заготовки диаметром 195 мм из титанового сплава Ti–3Al–2,5V. Рассмотрено изменение твердости по Виккерсу по поперечному сечению заготовки. Полученные результаты сопоставлены с имеющимися литературными данными по сплаву.

*Ключевые слова:* титановый сплав Ti–3Al–2,5V, горячая деформация, свойства, макроструктура, микроструктура, твердость по Виккерсу.

***A. G. Illarionov, N. A. Barannikova, F. V. Vodolazskii., Ya. I. Kosmatskii,  
E. A. Filyaeva***

## **STRUCTURE, PHASE COMPOSITION AND HARDNESS OF THE HOT-WORKED BILLET FROM Ti–3Al–2,5V ALLOY**

The study of the macro- and microstructure, phase composition of the template from the hot-worked billet with a diameter of 195 mm from alloy Ti–3Al–2,5V. The article reviewed a gradient of the Vickers through the cross-section. The obtained results are compared with available literary data about the alloy.

*Keywords:* titanium alloy Ti–3Al–2.5V, hot deformation, phase composition, macrostructure, microstructure, Vickers.

Используемый в ходе исследования псевдо- $\alpha$ -титановый сплав Ti–3Al–2,5V обладает высокой коррозионной стойкостью во многих средах, включая морскую воду и преимущественно применяется для производства труб, используемых в нефтедобывающих комплексах [1]. Получение заданных свойств в конечной трубной заготовке во-многом зависит от качества исходного горячедеформированного полуфабриката.

Целью данной работы является анализ макро-, микроструктуры, фазового состава и дюрометрических характеристик



горячедеформированной заготовки, используемой для получения бесшовных труб из сплава Ti–3Al–2,5V.

В качестве материала для исследования был взят темплет из сплава Ti–3Al–2,5V, представляющий сегмент (1/3 часть круга) горячедеформированной заготовки диаметром 195 мм, полученной на ПАО «Корпорация ВСПО-АВИСМА».

Макроанализ структуры проводили визуально на поперечном сечении представленного темплета. Подготовку поверхности темплета под макроанализ осуществляли с использованием многофункционального автоматического шлифовально-полировального комплекса Buehler EcoMet 250 Pro. Макротравление проводили в 15 % растворе HF [2].

Исследование микроструктуры проводилось на микроскопе «OLYMPUS GX51». Рентгеноструктурный фазовый анализ был проведен на установке «Bruker D8 Advance» в медном K $\alpha$ -излучении с помощью позиционночувствительного детектора LynxEye.

Измерения твердости по Виккерсу (ГОСТ 6507–1 2007) осуществляли на универсальном твердомере Zwick/Roell ZHU type 6187-5 LKV при нагрузке 100 кг (980,7 Н). Замер твердости проводился от центра к поверхности в трех направлениях по радиусу с отступом 5 мм от внешнего края темплета справа и слева и по биссектрисе угла между этими радиусами.

Сопоставление макроструктуры темплета в поперечном сечении с 10-ти балльной шкалой макроструктуры титановых сплавов [2] показало, что по всему сечению структура хорошо проработана и имеет балл промежуточный между 2-м и 3-м. Размер макрозерна составляет 300–600 мкм. Каких-либо структурных неоднородностей и макродефектов на поверхности темплета не обнаружено.

На рис. 1 представлены места уколов при измерении твердости по Виккерсу на поперечном сечении темплета.

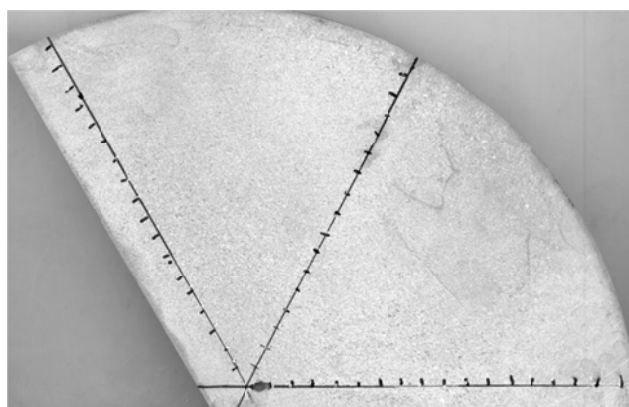


Рис. 1. Места измерения твердости на поперечном сечении темплета

Анализ данных по твердости не дал какой-либо четкой зависимости значений твердости по Виккерсу от положения отпечатков вдоль радиуса темплета (рис. 2). В тоже время использование линейной аппроксимации полученных средних значений по трем направлениям измерения, одинаково удаленных от центра темплета (линия на рис. 2) показало, что имеется незначительная тенденция к росту твердости от центра темплета к его поверхности в пределах 2 ед. HV. Это не противоречит литературным данным [3] о получении более высоких значений твердости при увеличении скорости охлаждения с температуры деформации сплава Ti–3Al–2,5V, а скорость охлаждения максимальна на поверхности заготовки и уменьшается к его центру.

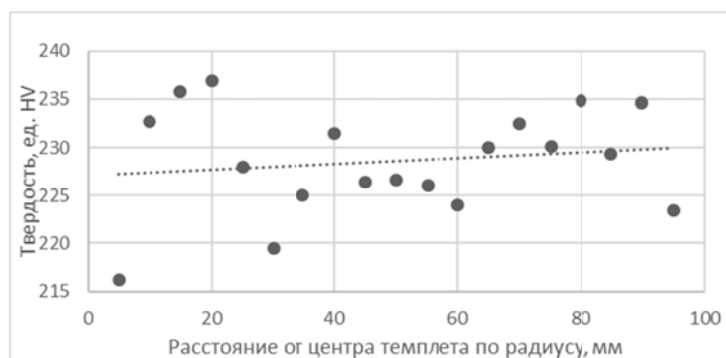


Рис. 2. Изменение твердости средних значений по трем измерениям в разных направлениях от центра к периферии темплета

Общий анализ полученных значений твердости показал, что среднее и медианное значение практически совпадают и составляют 229 HV. В целом, значения твердости по Виккерсу, полученные на темплете, укладываются в диапазон значений, которые характерны для сплава Ti–3Al–2,5V согласно данным справочника [3, с. 271–272,] и ближе к нижней его границе, что как раз характерно для горячедеформированного состояния.

Для определения фазового состава сплава в горячедеформированном состоянии проведено рентгеноструктурное исследование – полученная дифрактограмма приведена на рис. 3. На дифрактограмме присутствуют интенсивные линии от  $\alpha$ -фазы и слабые линии от  $\beta$ -твердого раствора, что свидетельствует о двухфазном ( $\alpha+\beta$ )-состоянии сплава. Количественная оценка объемной доли фаз по методу Ритвельда [4] показала, что соотношение фаз примерно 95 %  $\alpha$  и 5 %  $\beta$ , а это характерно для псевдо- $\alpha$ -сплавов в достаточно равновесном состоянии [2]. Периоды решеток фаз составили:  $\beta$ -фазы –  $a = 0,3213$  нм;  $\alpha$ -фазы –  $a = 0,2938$  нм;  $c = 0,4676$  нм, параметр  $c/a = 1,591$ . Значение параметра  $c/a$  несколько выше, чем у чистого титана (1,587), что является следствием легирования сплава алюминием, повышающего данный параметр [5].

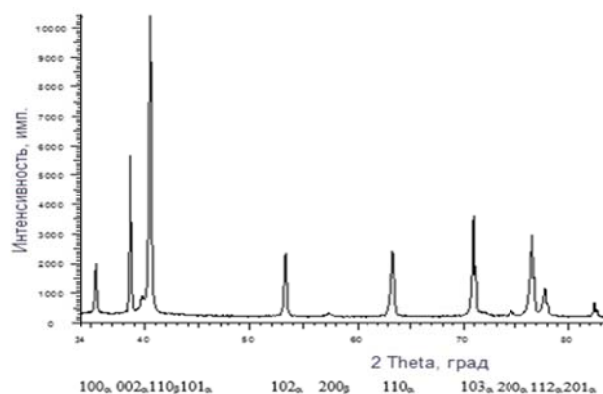


Рис. 3. Дифрактограмма с горячедеформированной заготовкой (внизу подписаны соответствующие пикам линии  $\alpha$ ,  $\beta$ -фаз)

Анализ микроструктуры горячедеформированной заготовки показал, что структура сходна по всему сечению и в поперечном сечении представляет собой относительно равноосные зерна превращенной  $\beta$ -фазы, которые может окаймлять частично раздробленная  $\alpha$ -оторочка (рис. 4, *а*). Внутри  $\beta$ -зерна формируются колонии из достаточно крупных  $\alpha$ -пластин с преимущественно тонкими  $\beta$ -прослойками.  $\alpha$ -пластины в колониях частично изогнуты и фрагментированы, что свидетельствует об окончании горячей деформации в двухфазной ( $\alpha+\beta$ )-области. Отличительной особенностью микроструктуры в продольном сечении от поперечного является вытянутость зерен превращенной  $\beta$ -фазы вдоль оси заготовки (рис. 4, *б*). При этом отношение продольного размера зерна к поперечному составляет не менее 5–6-ти. Из этого можно заключить, что и степень укова заготовки была значительной и составляла не менее этих значений.

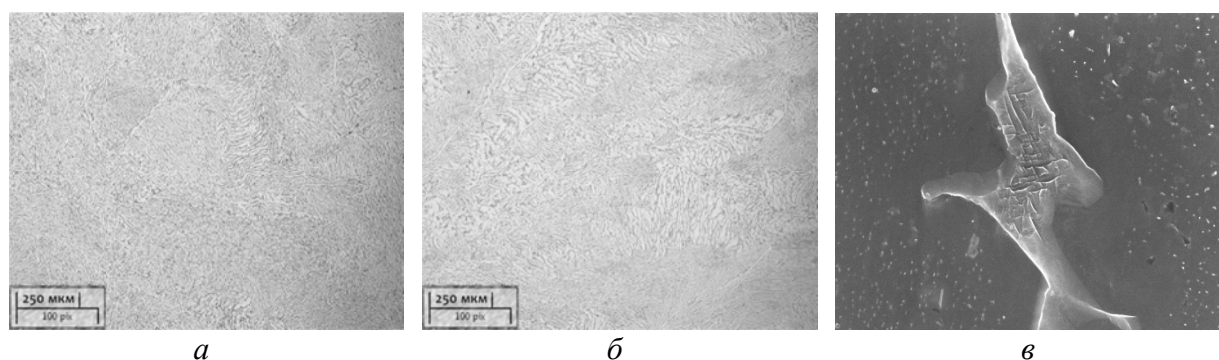


Рис. 4. Микроструктура сплава Т1–3АL–2,5V на  $\frac{1}{2}$  радиуса:  
*а* – поперечное сечение темплета, *б* – продольное сечение темплета,  
*в* – структура с низкотемпературным распадом в  $\beta$ -прослойках

Полученные данные рентгенографического и микроструктурного анализа в сопоставлении с термокинетической диаграммой сплава

Ti-3Al-2,5V, приведенной в справочнике [3], позволяют заключить, что в ходе горячей деформации и при последующем охлаждении заготовки на воздухе происходит распад  $\beta$ -твердого раствора с образованием  $\alpha$ -колоний и сохранением  $\beta$ -фазы в виде прослоек при достаточно высоких температурах (свыше 800 °C) без образования мартенситных фаз. В тоже время из-за достаточно крупного сечения заготовки охлаждение на воздухе было достаточно медленное и в широких  $\beta$ -прослойках зафиксирован распад с образованием дисперсной  $\alpha$ -фазы при более низкой температуре (рис. 4, в).

На основании проделанной работы сделаны следующие выводы:

4. Макроструктура горячедеформированной заготовки из сплава Ti-3Al-2,5V по сечению достаточно однородная и соответствует 2–3 баллу 10-ти балльной шкалы макроструктур титановых сплавов с размером макрозерна 300–600 мкм. Степень укова заготовки составила не менее 5–6-ти.
5. Среднее значение твердости в заготовке составило 229 HV, что характерно для горячедеформированного сплава Ti-3Al-2,5V.
6. Количественная оценка объемной доли фаз по данным РСФА по методу Ритвельда показала, что в заготовке примерно 95 %  $\alpha$  и 5 %  $\beta$  и это соответствует состоянию близкому к равновесному в псевдо- $\alpha$ -сплавах.
7. Микроструктурный анализ сплава Ti-3Al-2,5V показал, что процесс горячей деформации заготовки заканчивался в двухфазной  $\alpha$ + $\beta$ -области и это привело к формированию при охлаждении на воздухе пакетов изогнутых крупных пластин  $\alpha$ -фазы с тонкими  $\beta$ -прослойками, образующихся в области высоких температур (800 °C и выше). В относительно широких  $\beta$ -прослойках зафиксировано присутствие дисперсных частиц  $\alpha$ -фазы, формирующихся в области более низких температур из-за замедленного охлаждения крупногабаритной заготовки.

## ЛИТЕРАТУРА

- 1 Экспериментальное определение температурных параметров для оценки возможности изготовления горячепрессованных труб из сплава Ti-3Al-2,5V / А. Г. Илларионов [и др.] // Металлург. 2016. № 9. С. 83–87.
- 2 Глазунов С. Г. Титановые сплавы. Металлография титановых сплавов / С. Г. Глазунов, Б. А. Колачев. Москва : Металлургия, 1980. 464 с.
- 3 Boyer R. Materials Properties Handbook: Titanium Alloys / R. Boyer, G. Welsch, E. W. Collings. ASM International. 1994. 1176 p.
- 4 Rietveld H. M. A profile refinement method for nuclear and magnetic structures / H. M. Rietveld // Journal of Applied Crystallography. 1969. № 2. P. 65–71.
- 5 Цвиккер У. Титан и его сплавы / У. Цвиккер Москва : Мир, 1979. 512 с.

**И. А. Грушин, А. И. Сафарян, С. С. Слезов\***

Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет),  
г. Москва

\*slezov93@mail.ru

Научный руководитель – д-р техн. наук, проф. кафедры «МиТОМ» А. М. Мамонов

## ВЛИЯНИЕ ЛЕГИРОВАНИЯ ВОДОРОДОМ НА СТРУКТУРУ, ФАЗОВЫЙ СОСТАВ И ТЕХНОЛОГИЧЕСКУЮ ПЛАСТИЧНОСТЬ ТИТАНОВОГО СПЛАВА С СОДЕРЖАНИЕМ АЛЮМИНИЯ, ПРЕВЫШАЮЩИМ ПРЕДЕЛЬНУЮ РАСТВОРИМОСТЬ

Установлено влияние водорода на структуру, фазовый состав и сопротивление горячей пластической деформации опытного сплава Ti–8,7Al–1,5Zr–2Mo, перспективного для изготовления силовых режущих хирургических инструментов. Установлено, что легирование водородом до 0,3 и 0,6 масс. % увеличивает объемную долю  $\beta$ -фазы при температурах  $\alpha+\alpha_2+\beta$ -области и снижает предел текучести сплава на 115–200 МПа при температурах деформации 800–850°C.

*Ключевые слова:* титановый сплав, водород, горячая деформация, предел текучести, фазовый состав, динамическая рекристаллизация.

***I. A. Grushin, A. I. Safaryan, S. S. Slezov***

## THE INFLUENCE OF HYDROGEN ALLOYING ON THE STRUCTURE, PHASE COMPOSITION AND TECHNOLOGICAL PLASTICITY OF THE TITANIUM ALLOY WITH ALUMINUM CONTENT EXCEEDING LIMIT SOLUBILITY ABSTRACT

The influence of hydrogen on the structure, phase composition and resistance of hot plastic deformation of the Ti–8.7Al–1.5Zr–2Mo experimental alloy, promising for the manufacture of power cutting surgical instruments, is established. It was found that doping with hydrogen to 0.3 and 0.6 wt. % increases the volume fraction of the  $\beta$ -phase at temperatures  $\alpha+\alpha_2+\beta$ -region and reduces the yield strength of the alloy by 115–200 MPa at deformation temperatures of 800–850°C.

*Keywords:* titanium alloy, hydrogen, hot deformation, yield stress, phase composition, dynamic recrystallization.

Применение титановых сплавов для изготовления силовых ортопедических инструментов, особенно режущих и ударных инструментов для обработки плотных костных структур при артропластике крупных суставов, весьма ограничено. Одним из ключевых

требований к ним является жесткость конструкции, которая определяется, кроме геометрических параметров, модулем упругости материала. С этих позиций для изготовления подобных инструментов предпочтительными являются высокомодульные титановые сплавы с повышенным содержанием алюминия – псевдо- $\alpha$  сплавы и сплавы с интерметаллидной  $\alpha_2$ -фазой.

Опыт обработки таких сплавов с применением водородных технологий – водородного пластифицирования (ВП) и термоводородной обработки (ТВО) – показал возможность повышения технологической пластичности, твердости и износостойкости титановых сплавов с высоким содержанием алюминия, в том числе сплавов с интерметаллидным упрочнением на основе  $\alpha+\alpha_2$ -структуры.

В данной работе исследовано влияние дополнительного легирования водородом на структуру, фазовый состав и технологическую пластичность при горячей деформации опытного титанового сплава с повышенным (по сравнению с промышленными сплавами) содержанием алюминия.

Исследования проведены на прутковом полуфабрикате диаметром 15 мм опытного сплава Ti–8,7Al–1,5Zr–2Mo. Из прутка вырезали образцы  $\varnothing 10 \times 13$  мм для исследований структуры, фазового состава и сопротивления деформации при осадке.

Насыщение образцов водородом до концентраций 0,3 и 0,6 % ( $\pm 0,02$  %) проводили в установке Сивертса, в среде чистого газообразного водорода при температурах 850–750°C. Количество введенного водорода определяли по привесу образцов с помощью точных электронных лабораторных весов A&D HR-150AG.

Осадку образцов в торец осуществляли при температурах 800 и 850°C в изотермических условиях на универсальной испытательной машине FP-100 с усилием 100 кН при постоянной скорости деформирования 3,7 мм/мин, соответствующей начальной скорости деформации  $\dot{\epsilon} = 4,6 \times 10^{-3} \text{ с}^{-1}$ .

Металлографические исследования проводили на оптическом микроскопе AXIO Observer.A1m при увеличениях до 1000 крат. Рентгеноструктурный анализ проводили на дифрактометре модели ДРОН-4 в фильтрованном медном  $K_\alpha$  излучении. По результатам рентгеновской съемки проводили качественный и количественный анализ фазового состава.

Структура образцов исходного горячекатаного прутка после отжига при 950°C показана на рис. 1, а. По данным рентгеноструктурного анализа фазовый состав сплава после отжига представлен  $\alpha$ -,  $\beta$ - и  $\alpha_2$ -фазами.

Легирование водородом до концентраций 0,3 и 0,6% приводит к увеличению объемной доли  $\beta$ -фазы до 20 и 30%, соответственно (рис. 1, б, в).

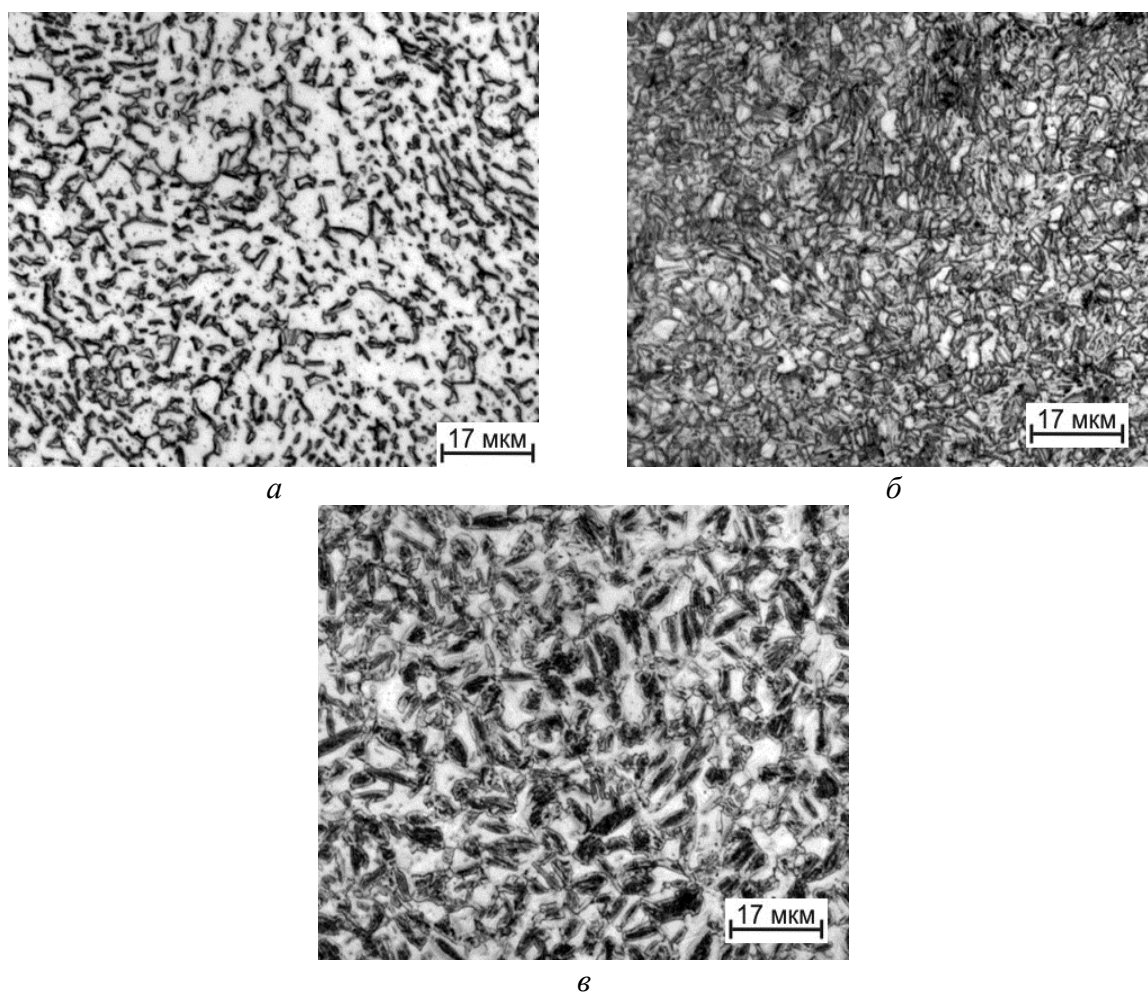


Рис. 1. Структура прутка сплава Ti–8,7Al–1,5Zr–2Mo: а – после отжига при 950 °С; б, в – после насыщения водородом до концентраций 0,3 и 0,6 %

Для уточнения фазового состава сплава с разным содержанием водорода при выбранных температурах осадки (800 и 850 °С) проведена закалка с этих температур.

Объемная доля  $\beta$ -фазы в сплаве с исходным содержанием водорода составила 10–15 %, в образцах с 0,3 % водорода – 20 и 30 %, с 0,6 % водорода – 30 и 60 %, соответственно, при температурах нагрева под закалку 800 и 850 °С.

Водород приводит к снижению предела текучести при обеих температурах деформации (рис. 2).

В большей степени пластифицирующее действие водорода сказывается при температуре деформации 800 °С – введение 0,6 % водорода снижает предел текучести более, чем на 200 МПа.

При увеличении степени деформации ее силовые условия изменяются вследствие развития разупрочняющих процессов (рис. 3). Эти деформационные процессы контролируются с одной стороны разупрочняющими процессами динамической рекристаллизации  $\alpha(\alpha_2)$ -фазы ( $\alpha$ -фаза с упорядоченными микрообъемами  $\alpha_2$ -фазы в теле  $\alpha$ -частиц) и динамической полигонизации  $\beta$ -фазы, а с другой – деформационным упрочнением  $\beta$ -фазы.

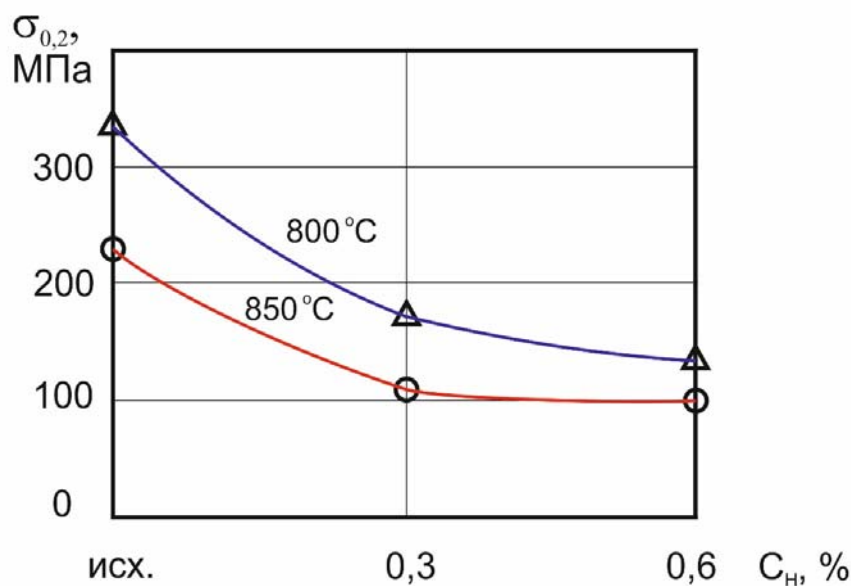


Рис. 2. Влияние содержания водорода ( $C_H$ ) и температуры на предел текучести сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2Mo при изотермической осадке

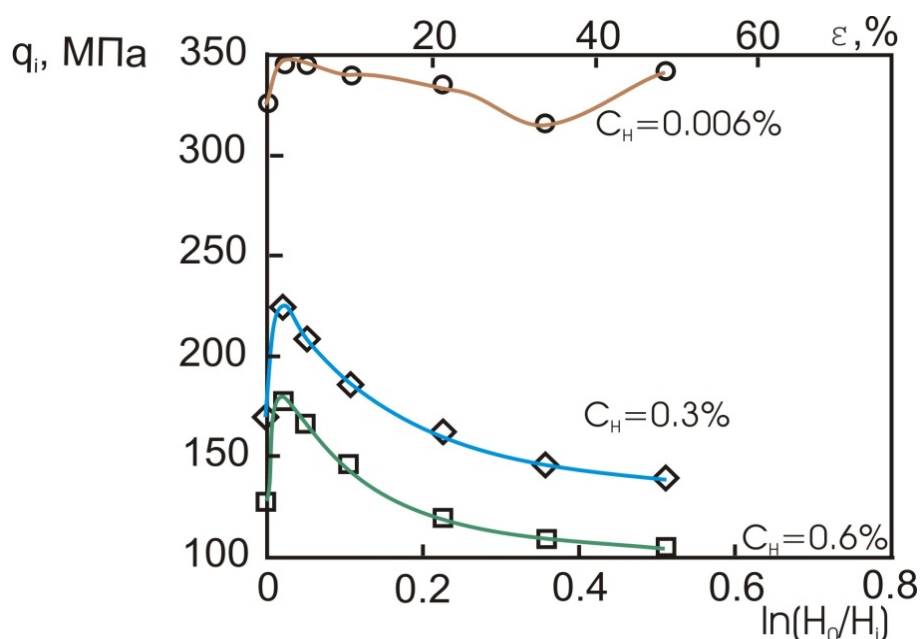


Рис. 3. Зависимость удельного усилия осадки ( $q_i$ ) сплава Ti-8,7Al-1,5Zr-2Mo от степени деформации и содержания водорода при температуре 800 °C



Деформационное разупрочнение резко возрастает при увеличении содержания водорода от исходного до 0,3 % при обеих температурах осадки, причем более интенсивно при температуре 800 °С. Основной вклад в разупрочнение сплава вносит динамическая рекристаллизация  $\alpha(\alpha_2)$ -фазы.

Приближение температуры деформации к температуре  $\alpha+\beta/\beta$ -перехода, зависящей от содержания водорода, снижает как общее сопротивление сплава пластической деформации, так и интенсивность деформационного разупрочнения.

Таким образом, легирование водородом в исследованном интервале концентраций позволяет осуществлять горячую пластическую деформацию этого сплава при температурах не выше 850 °С и сопротивлении деформации на уровне 100–150 МПа, что соответствует режимам, принятым для промышленных конструкционных  $\alpha+\beta$ -сплавов.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Водородная технология титановых сплавов / А. А. Ильин [и др.]. МИСИС, 2002. 392 с.
2. Ильин А. А. Применение материалов на основе титана для изготовления медицинских имплантатов / А. А. Ильин [и др.] // Металлы. 2002. № 3. С. 97–104.
3. Ильин А. А. Механизм и кинетика фазовых и структурных превращений в титановых сплавах / А. А. Ильин. Москва : Наука, 1994.
4. Коллингз Е. В. Физическое металловедение титановых сплавов: пер. с англ. / Е. В. Коллингз. Москва : Металлургия, 1988.

***А. В. Запалова<sup>\*</sup>, А. В. Бурнаев, М. А. Герман***

Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет)  
(МАИ), г. Москва

<sup>\*</sup>*anutkalask1994@mail.ru*

Научный руководитель – проф., канд. техн. наук *Д. Е. Гусев*

## ИССЛЕДОВАНИЕ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ПОРИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ, ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ СПЕКАНИЯ ИЗ СПЛАВА ВТ1-0

В работе проведено исследование изменения механических свойств пористого материала из титанового сплава в зависимости от температурных режимов спекания и термоводородной обработки (ТВО). Было выявлено, что с увеличением температур спекания улучшаются прочностные свойства и снижается пластичность. В работе приведено сравнение свойств образцов без ТВО и с его применением.

*Ключевые слова:* пористый материал, титан, спекание, термоводородная обработка, механические свойства.

***A. V. Zapalova , A. V. Burnaev , M. A. German***

## RESEARCH OF MECHANICAL PROPERTIES OF POROUS MATERIALS OBTAINED BY SINTERING OF ALLOY VT1-0

In work the research of change of mechanical properties of porous material from titanic alloy, depending on temperature conditions of agglomeration and thermohydrogen processing (THP) is conducted. It has been revealed that with increase in temperatures of agglomeration strength properties improve and the plasticity decreases. Comparison of properties of samples without THP and with its application is given in work.

*Keywords:* a porous material, titanium, sintering, thermohydrogen processing, mechanical properties.

В настоящее время большое внимание уделяется получению пористых материалов. Они находят свое применение в различных отраслях производства в качестве фильтров в химической и нефтегазовой промышленности, тепло- и шумозащиты в машиностроении и в медицине для изготовления остеоинтеграционных материалов и покрытий имплантатов. В последнем случае к пористым материалам предъявляется ряд специфических требований таких как биологическая инертность и коррозионная стойкость, а так же комплекс необходимых механических характеристик близкий к характеристикам биологических тканей.

Наиболее полно заданным требованиям отвечают титановые сплавы, опережая стали и сплавы на основе кобальта. Поэтому в последние годы уделяется большое внимание получению пористых материалов на основе титана [1]. Такие изделия позволяют создать хорошую фиксацию имплантатов, за счёт прорастания живой ткани в поры материала, но их недостатком является снижение прочности. Поэтому наряду с обеспечением необходимой пористости и биосовместимости материалов актуальной задачей при работе с пористыми материалами является и разработка технологий, обеспечивающих возможность получения пористого материала на основе титана, компенсирующего потерю прочности из-за пористости.

Основными техническими проблемами при изготовлении пористых материалов и покрытий из титановых сплавов являются:

- обеспечение высокой объемной пористости и требуемого размера пор при спекании порошка или гранул;
- обеспечение прочности соединения между волокнами и монолитным имплантатом в случае использования волокон при спекании или диффузионной сварке [2].

Для решения вышеизложенных проблем получения пористых материалов наиболее перспективным является технологический процесс спекание волокон титана, полученных методом высокоскоростного затвердевания расплава (ВЗР) с последующей ТВО.

Назначение ТВО состоит в повышении прочности пористого материала в зонах спекания металлических волокон и повышении прочности материала волокна за счет увеличения дисперсности его структуры. Это достигается благодаря фазовым и структурным превращениям, осуществляемым по диффузионным механизмам во время ТВО[4–5].

В качестве объекта исследования использовалось волокно из сплавов ВТ1-0, полученное высокоскоростным затвердеванием расплава по методу экстракции висящей капли на установке ЭВКР-ЭЛУ [2]. Волокно прессовали в плоские образцы толщиной 5 мм и шириной 15 мм, длиной 55 мм. Далее их спекали в вакууме при температурах 850–1000 °С под давлением 0,2–0,5 МПа в течение 1–2 часов с помощью установки СВДУ-40. Объемную пористость в пределах 50–80 % задавали ограничением смещения пуансона.

Часть образцов подвергалась ТВО, которая заключалась в наводороживании в интервале температур 650–850 °С до концентрации 0,6–0,8 % водорода по массе термодиффузионным методом с последующей дегазации в процессе вакуумного отжига при тех же температурах в течение 2–4 часов.

Специфика предполагаемого применения пористого материала определяет требования к характеристикам работоспособности имплантатов из него и к методам определения механических параметров.

На первом этапе исследовали влияние температуры спекания и последующей ТВО на механические характеристики плоских образцов ПМ с пористостью  $50 \pm 2\%$ .

Таблица

Влияние температуры спекания на механические характеристики при растяжении листового пористого материала до и после ТВО

Температура спекания, °C	Наличие ТВО	Механические характеристики		
		Максимальная прочность $\sigma_{\max}$ , МПа	Относительное удлинение $\delta$ , %	
			при максимальной прочности	при разрушении
850	–	$25,6 \pm 13,3$	$2,6 \pm 0,8$	$13,5 \pm 1,5$
850	ТВО	$29,0 \pm 5,0$	$3,1 \pm 0,7$	$13,0 \pm 5,0$
900	–	$45,0 \pm 5,0$	$2,2 \pm 0,5$	$7,5 \pm 1,5$
900	ТВО	$88,1 \pm 11,2$	$2,5 \pm 0,1$	$8,5 \pm 0,5$
950	–	$48,5 \pm 5,5$	$1,5 \pm 0,3$	$7,5 \pm 1,0$
950	ТВО	$58,5 \pm 4,5$	$2,1 \pm 0,5$	$7,5 \pm 1,0$

Механическое поведение пористых материалов при испытаниях на растяжение характеризуется многочисленными перегибами и широким разбросом показателей прочности и пластичности. Это связано с разрушением контактов между отдельными волокнами без изменения формы образца, а так же сложной схемой деформации волокон в поровом пространстве. При деформациях более 5 % можно заметить появление свободных концов волокон, без фрагментации материала (рис. 1).

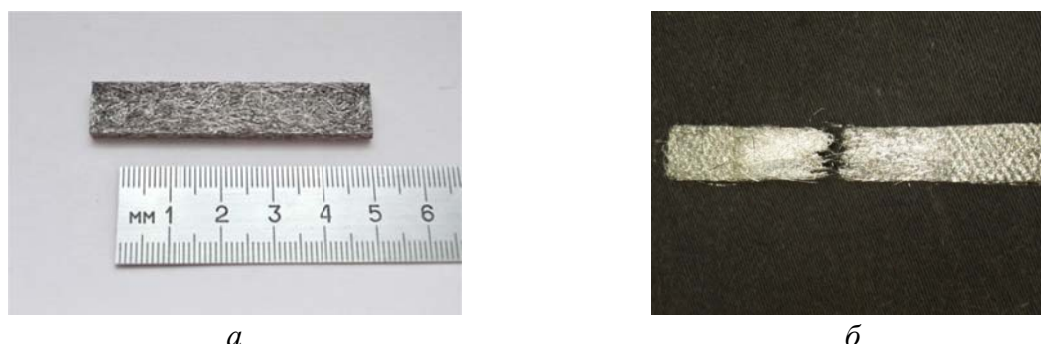


Рис. 1. Внешний вид образцов листового пористого материала: *а* – до испытания и *б* – после испытания на растяжение

Кривые деформации растяжения образцов можно разделить на несколько участков. На первом участке линейное возрастание нагрузки от

удлинения, характеризуется упругим поведением материала. Участок ограничивается усилием текучести и отвечающим ему упругим удлинением. Он определяет область работоспособности пористого материала с широким диапазоном жесткости от 5 до 12 ГПа. Это, по-видимому, определяется укладкой волокон в материале, которая носит достаточно широкий характер.

При последующей деформации пористого материала заметное замедление возрастания нагрузки, которая завершается формированием ярко выраженного максимума. На третьем участке деформации происходит снижение нагрузки. Можно заметить «скачкообразный» характер кривой, который определяется разрывом отдельных волокон материала. Образец может не претерпевать полного разрушения, даже при значительных удлинениях. Однако его существенное изменение формы можно оценить для расчета предельной деформации.

Для сравнительного анализа влияния режимов спекания и ТВО диаграммы растяжения были переведены в координаты напряжения-деформации на рис. 2.

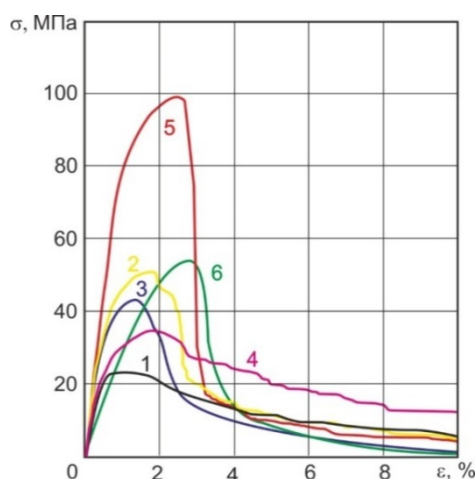


Рис. 2. Кривые растяжения образцов после разных режимов спекания и последующей ТВО: 1 – 850 °С, 1 час, 2 – 900 °С, 1 час, 3 – 950 °С, 1 час; 4 – 850 °С, 1 час + ТВО, 5 – 900 °С, 1 час + ТВО, 6 – 950 °С, 1 час + ТВО

Максимальная прочность образцов возрастает с ростом температуры спекания, а относительное удлинение при этой прочности и при потере геометрии образца – снижается. Необходимо отметить, что при температуре спекания 850 °С наблюдается наиболее значительный разброс значений механических характеристик, что свидетельствует о недостаточной прочности контактов волокон. При низких температурах спекания контакты волокон носят механический характер с выраженной поверхностной границей. Увеличение температуры обработки сопровождается преобразованием структуры и постепенным увеличением

доли физического контакта волокон, выражающимся в формировании общих зерен и исчезновении поверхностной границы. В тоже время при температуре спекания 950°C прочность практически не увеличивается, а пластичность заметно снижается. Это связано с интенсивным ростом  $\beta$ -зерна и наследованием его размеров  $\alpha$ -зерном, образующимся при охлаждении от температуры спекания.

В результате исследования был выявлен оптимальный режим обработки, включающий спекание при 900°C с последующей ТВО при котором наблюдается значительное увеличение прочностных свойств при достаточной пластичности. Проведение ТВО образцов спекания повышает прочностные и пластические характеристики и уменьшает их разброс в пределах партии образцов. При этом максимальное увеличение прочности (почти в 2 раза) происходит после спекания при температуре 900°C. Это связано с увеличением доли физического контакта волокон, образующегося из механических в процессе дополнительной двойной фазовой перекристаллизации материала при наводороживании и дегазации пористого материала.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Сравнительное исследование проницаемых материалов из металлических порошков и волокон / А. Г. Косторнов [и др.] // Порошковая металлургия. 1983. № 3. С. 49 – 51.
2. Шмелев, Л. С. Производство пористых листов из металлических порошков / Л. С. Шмелев, В. К. Сорокин, Н. В. Гуреев // Сталь. 1983. № 5. С. 82 – 83.
3. Использование термоводородной обработки при изготовлении пористых материалов и изделий из титановых волокон и проволоки / М.Ю. Коллеров [и др.] // Металлург. 2015. № 3. С. 61 – 66.
4. Водородная технология титановых сплавов / А. А. Ильин [и др.]. Москва : МИСИС, 2002. 392 с.
5. Особенности формирования структуры титана при термодиффузионном насыщении водородом / М. Ю. Коллеров [и др.] // МиТОМ. 2016. № 6. С. 25 – 29.

**И. П. Барсуков\***

Оренбургский государственный университет, г. Оренбург

\*petrodanc@mail.ru

Научный руководитель – доцент, канд. техн. наук В. С. Репях

## ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И СВОЙСТВ ТВЕРДОГО СПЛАВА KNT16 ПРИ ИОННОМ АЗОТИРОВАНИИ

В качестве объектов исследования использовались образцы из твердого сплава марки KNT16. В ходе исследования было проведено ионное азотирование твёрдого сплава, испытания резанием, испытание на изгиб, рентгеноструктурный анализ, электронная микроскопия.

*Ключевые слова:* ионное азотирование, износ, износостойкость, предел прочности, структура.

**I. P. Barsukov**

## THE STUDY OF THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF HARD ALLOY KNT16 DURING ION NITRIDING

As object of research used samples of solid alloy grade KNT16. The study was carried out ion nitriding, hard alloy, cutting, bending test, x-ray structural analysis, electron microscopy.

*Keywords:* ion nitriding, wear, abrasion resistance, tensile strength, structure.

К настоящему времени исследовано достаточно много методов поверхностного упрочнения твердых сплавов, приводящие к улучшению свойств металлообрабатывающего инструмента, изготовленного на их основе, но по вопросу азотирования твердых сплавов недостаточно сведений и экспериментальных исследований, данные отрывочны и нет системных сведений по ионному азотированию. Поэтому рассмотрены химико-термические методы упрочнения твёрдого сплава, в частности ионное азотирование.

Существует достаточно большое количество разновидностей этого процесса. До недавнего времени в отечественной инструментальной промышленности были распространены процессы газового и жидкого азотирования, которые выполнялись в специальных печах или соляных ваннах. В последнее время достаточно широкое распространение получил процесс диффузионного насыщения поверхности инструмента азотом с использованием низкотемпературной плазмы – ионное (плазменное) азотирование [1].

Ионное азотирование проводилось на установке ионного азотирования НГВ 6.6/6-И1. Температура ионного азотирования составляла 580 °С, рабочее напряжение 500 В, время нагрева 20 мин. Время ионного азотирования твёрдого сплава составляло 2 часа. Охлаждение твёрдого сплава проводилось постепенно. Сначала образцы охлаждались до температуры изотермической выдержки до 150–200 °С. Затем прекращалась подача газа (диссоциированный аммиак).

Твёрдость образцов измеряли на твердомере ТН 301. Результаты измерений представлены в табл. 1.

Таблица 1

Твёрдость сплава КНТ16 до и после ионного азотирования

Марка сплава	Время ионного азотирования	Твёрдость сплава до азотирования, HRA	Твёрдость сплава после азотирования, HRA
КНТ16	2 часа	89,4–90,4	90,9–91,4

Из полученных результатов можно отметить, что твёрдость сплава после ионного азотирования осталась прежней.

Испытания образцов из твёрдого сплава резанием [3] проводили на токарно-винторезном станке 16К20. Выполняли по пять проходов на каждый образец. Материал заготовки Ст2. Скорость вращения заготовки составляла 400 об/мин, глубина резания 1 мм. Время одного прохода составляло 4 минуты. Результаты испытаний при резании образцов из твёрдого сплава приведены в табл. 2.

Таблица 2

Износ сплава КНТ16 после резания, до и после ионного азотирования

Марка сплава	Время ионного азотирования	Износ сплава до азотирования (исходный)	Износ сплава после ионного азотирования
КНТ16	2 часа	Скол после 4 прохода	Не наблюдается после 5 проходов

Величина износа после пяти проходов составляет 0,02 мм.

Исходя из вышеприведенных результатов испытаний (табл. 2), можно сказать, что образцы после ионного азотирования стали более износостойкими.



После резания, проводили испытания на абразивный износ [5]. Продолжительность испытаний составляла 15 минут на каждый образец. Замеры веса производились через каждые 5 мин. трения после остановки машины. Для снятия замеров использовались весы лабораторные ВМ510Д.

Результаты, полученные после расчета интенсивности изнашивания и определения коэффициента трения [2], представлены в таблице 3.

Таблица 3

Результаты измерений износостойкости и коэффициента трения

№ опыта	Образец	Разность массы образца, гр	Коэффициент трения, $f_{mp}$	Интенсивность изнашивания, $I_h$ , гр/м
		$\Delta m_{15}$		
1	КНТ16	0,007	0,07375	$6,61 \cdot 10^{-7}$
2		0,006	0,06134	$5,66 \cdot 10^{-7}$

Из таблицы видно, что образец после ионного азотирования по сравнению с исходным имеет интенсивность изнашивания на 14,4 % меньше.

После проведения испытаний на резание и абразивный износ проводили испытания на изгиб [4] с определением предела прочности твёрдого сплава до и после ионного азотирования. Испытания проводились на разрывной электромеханической машине ИР 5047-50. Результаты испытаний приведены в табл.4.

Таблица 4

Предел прочности сплава КНТ16 до и после ионного азотирования

Марка сплава	Время ионного азотирования	Предел прочности при изгибе до ионного азотирования (исходный сплав), $\sigma_{и}$ , Н/мм <sup>2</sup>	Предел прочности при изгибе после ионного азотирования, $\sigma_{и}$ , Н/мм <sup>2</sup>
КНТ16	2 часа	1800–1973	2094–2306

Из испытаний видно, что у образцов с ионным азотированием по сравнению с исходными, увеличились прочностные характеристики.

После испытаний образцов был проведён рентгеноструктурный анализ и электронная микроскопия. Исследования проводились на минидифрактометре МД-10, мультивизоре  $\mu Vizo$  – МЕТ-221 с увеличением  $\times 1000$ , электронном микроскопе Jeol с увеличением  $\times 3000$ . Результаты рентгеноструктурного анализа приведены в табл. 5.

Таблица 5

**Параметры тонкой структуры твердого сплава КНТ16**

№ п/п	Режим термообработки	HKL	c/a	D, мм
1	Исходный образец	100 101	1,0625	56,14
2	Образец после 2 часов ионного азотирования	100 101	1,1237	56,14

Перед проведением анализа на образцах были подготовлены и протравлены шлифы. Микроструктура твердого сплава КНТ16 до и после ионного азотирования приведена на рисунке.

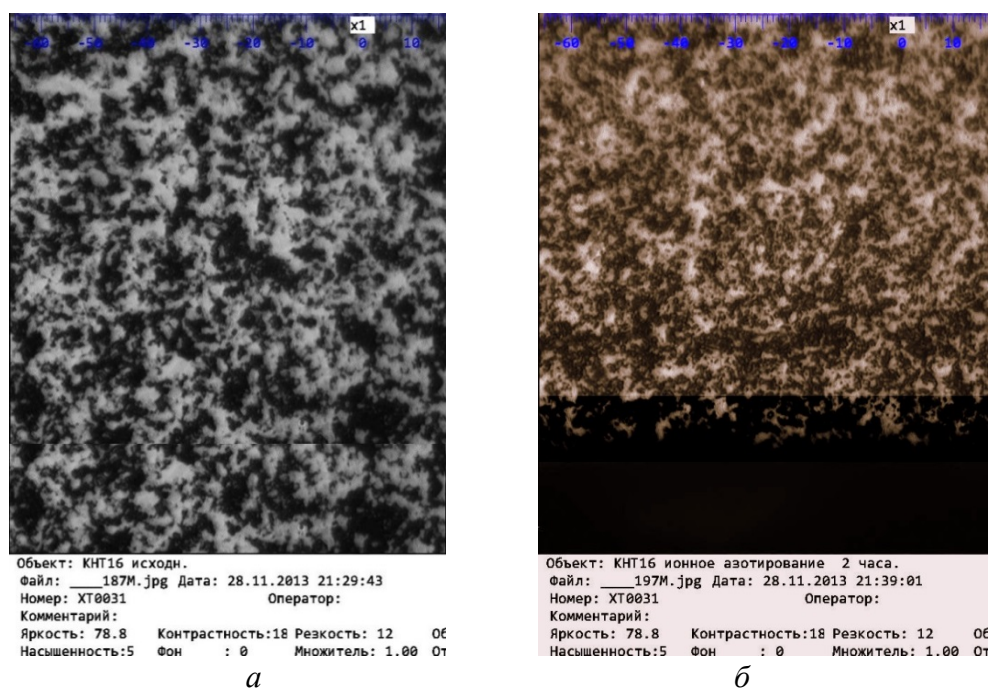


Рис. Микроструктура твердого сплава КНТ16 ( $\times 1000$ ) (Мультивизор  $\mu$ Vizo – MET-221): *a* – до ионного азотирования; *б* – после ионного азотирования

При исследовании структуры и свойств образцов из твердого сплава КНТ16 было выявлено, что твердость пластин в результате ионного азотирования изменилась незначительно. Коэффициент трения образцов уменьшился на 20 %, интенсивность изнашивания уменьшилась на 14 %. Предел прочности увеличился на 20 %. Параметры решетки увеличились за счет сплавления твердой фазы кобальта. Микроструктура твердого сплава КНТ16 после ионного азотирования изменилась: увеличился период решетки карбидной фазы на 1–2 мкм.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Григорьев С. Н. Технологические методы повышения износостойкости контактных площадок режущего инструмента / С. Н. Григорьев, В. П. Табаков, М. А. Волосова. Старый Оскол : ТНТ, 2011.
2. Крагельский И. В., Добычин М. Н., Комбалов В. С. Основы расчетов на трение и износ / И. В. Крагельский, М. Н. Добычин, В. С. Комбалов. Мцсква : Машиностроение, 1977. 526 с.
3. ГОСТ Р 51140–98 Инструмент металлорежущий. Требования безопасности и методы испытаний. 4 с.
4. ГОСТ 14019–2003 Материалы металлические. Метод испытаний на изгиб. 11 с.
5. ГОСТ 17367–71 Метод испытания на абразивное изнашивание при трении о закрепленные абразивные частицы. 7 с.

***Е. А. Касимова<sup>1</sup>, Е. В. Лим<sup>1</sup>, А. Е. Коняхин<sup>1</sup>, Д. С. Шарапкин<sup>2</sup>***

<sup>1</sup>Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет), г. Москва

<sup>2</sup>Всероссийский научно-исследовательский институт авиационных материалов (Государственный научный центр Российской Федерации), г. Москва  
*faculty1@mail.ru*

Научный руководитель – доцент, канд. техн. наук *Т. Г. Ягудин*

## **ОСОБЕННОСТИ ТЕРМООБРАБОТКИ ПОРОШКОВЫХ БЫСТРОРЕЖУЩИХ СТАЛЕЙ**

В работе изучаются проблемы применения порошковых быстрорежущих сталей различного способа получения. В частности, рассматриваются особенности термообработки, вызванные способом производства и формой частиц порошковой стали.

*Ключевые слова:* термообработка, порошковая сталь, распыленные порошки, быстрорежущая сталь, спекание порошков.

***E. A. Kasymova, E. V. Lim, A. E. Konyakhin, D. S. Sharapkin***

## **PECULIARITIES OF THERMAL PROCESSING OF POWDER HIGH-SPEED STEELS**

The paper studies the problems of the use of powder high-speed steels of a different production method. In particular, the peculiarities of heat treatment caused by the production method and the shape of the powder steel particles are considered.

*Keywords:* heat treatment, powder steel, pulverized powders, high-speed steel, sintering powders.

В настоящее время в материаловедении большое внимание уделяется разработке новых конструкционных и инструментальных материалов с особыми свойствами. К одним из таких направлений относится разработка инструментальных материалов с повышенной износо- и термостойкостью на основе сплавов железа. Первенство в этом направлении держат быстрорежущие стали, которые представляют собой высоколегированные инструментальные стали, содержащие легирующие добавки хрома, вольфрама, молибдена, ванадия кобальта. Быстрорежущие стали отличаются высоким сопротивлением воздействию механических и термических нагрузок и используются для изготовления высокопроизводительного инструмента и конструкционных изделий в случае, когда требуется высокая износостойкость и твердость при повышенной температуре.

Одной из главных задач при изготовлении инструмента из быстрорежущей стали является обеспечение равномерного распределения упрочняющей карбидной фазы. Уменьшения карбидной неоднородности можно достигнуть путем распыления расплава быстрорежущей стали и получения порошка с последующим его компактированием. Порошки, полученные распылением, характеризуются высокодисперсной ячеисто-дендритной структурой и отсутствием зональной ликвации вследствие высоких скоростей кристаллизации [1, 2]. С другой стороны, имеются данные о некотором ухудшении режущих и механических свойств быстрорежущих сталей, полученных методами порошковой металлургии в целом и способом сверхсолидусного спекания, в частности, обусловленном склонностью материала к укрупнению микроструктуры при высоких температурах спекания. В связи с этим задачей данного раздела является изучение рекомендаций различных авторов по выбору исходных порошков со структурой и физико-механическими характеристиками, обеспечивающими стабильность свойств в компактном состоянии. В качестве основного параметра варьирования в ряде работ отечественных и зарубежных авторов [2, 5], посвященных исследованию свойств и поведения при спекании воднораспыленных порошков быстрорежущих сталей, принимался гранулометрический состав. В частности, при спекании ( $T = 1249\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) мелкой (37–44 мкм) и крупной (55–74 мкм) фракций порошка стали М2 установлено [3, 4], что высокоплотное состояние может быть получено только в первом случае. Для крупной фракции частиц уничтожения остаточных пор в образце не удалось добиться даже путем увеличения длительности изотермической выдержки ( $T = 1249$ ) или повышения температуры спекания. Поэтому авторы рекомендуют для получения материала с высокой плотностью и удовлетворительной микроструктурой использовать исходные порошки, содержащие достаточное количество мелкой фракции с размером частиц менее 45 мкм. Наряду с исследованиями, выполненными с использованием воднораспыленных порошков [6, 7] быстрорежущих сталей, очевидна актуальность работы, посвященной изучению поведения при спекании порошков тех же марок сталей, полученных газовым распылением. Исследование процесса спекания порошков быстрорежущей стали марок Р12МЗК5Ф2, 10Р6М5 и Р12МФ5, проведенное в работе, позволило установить характер зависимостей относительной объемной усадки от дисперсности частиц, аналогичный полученным в ранее рассмотренных работах на воднораспыленных порошках. Закономерности изменения относительной плотности спеченных в свободном состоянии сталей в зависимости от температуры спекания (1175–1250  $^{\circ}\text{C}$ ) для порошков с размером частиц от 0,5 до 0,8 мм показаны на рис. 1. Следует отметить, что при температуре спекания 1250  $^{\circ}\text{C}$  влияние размера частиц на усадку не наблюдается для порошков всех перечисленных марок стали. Подобное поведение порошковых систем авторы предположительно

связывают с различным содержанием углерода и кислорода в разных фракциях.

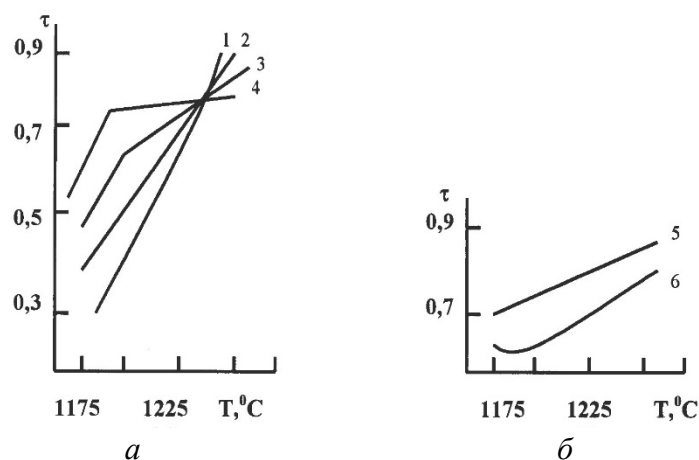


Рис. 1. Температурная зависимость относительной плотности спеченных быстрорежущих сталей: *а* – P12M3K5Φ2:  $d = 0,4–0,5$  мм (1);  $0,25–0,315$  (2);  $0,16–1,20$  (3);  $0,063–0,1$  (4); *б* – 10P6M5  $0,08–0,1$  (5) и P12MΦ5  $0,05–0,8$  мм (6)

Сопоставление данных о спекаемости газо- и воднораспыленных порошков выполнено в работе [3] на примере быстрорежущей стали марки SKH10 с 4-мя фракциями частиц (18 и 33 мкм - для сферических; 14 и 29 мкм – для несферических порошков).

На основании прошлых работ [3], проведено исследование процессов спекания двух партий порошков быстрорежущей стали, полученных водным и газовым распылением и имеющих соответственно неправильную и округлую форм частиц. График (рис. 2), отражающий зависимость линейной усадки от температуры спекания, иллюстрирует поведение при спекании порошков со сферической и неправильной формой частиц. В первом случае имеет место крутой наклон прямолинейной зависимости, отражающий резкое увеличение значений усадки с ростом температуры. Во втором случае с увеличением температуры происходит постепенное изменение усадки.

При наблюдении изменения относительной плотности спеченного тела с температурой спекания отмечены следующие тенденции в поведении порошков. Температура начала уплотнения понижалась с увеличением разветвленности формы и повышалась при сфероидизации порошков. Разница в указанной температуре для порошков обоих типов составила около 200 К. Тем не менее окончательное уплотнение достигается как для несферических, так и для сферических порошков в области одних и тех же температур (1250–1300 °C).

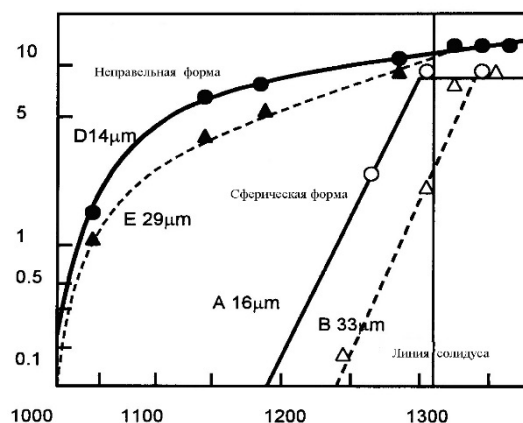


Рис. 2. Зависимость линейной усадки от температуры спекания для порошков с различными размером и формой частиц

Исходя из результатов эксперимента, графически отображенных на рис. 3, можно отметить, что при использовании частиц с размером менее 20 мкм полное уплотнение (более 95 %) может быть достигнуто почти без образования жидкой фазы ( $T_{\text{солидус}} = 1528 \text{ K}$ ) как для сферических, так и для несферических порошков (1240 и 1225 °C соответственно).

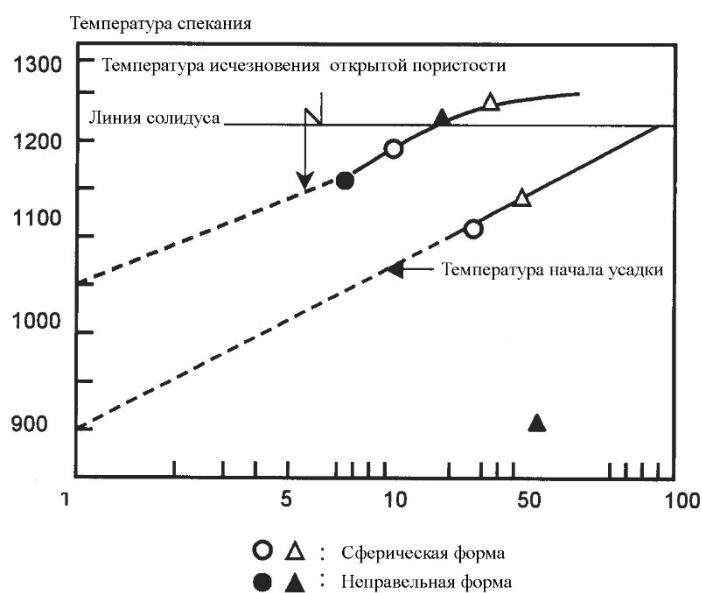


Рис. 3. Влияние параметров формы и размеров частиц на температуру начала и окончания спекания быстрорежущей стали

Окончательное спекание газо- и воднораспыленных частиц с размером более 20 мкм предполагает незначительный перегрев и заканчивается в области температур, несколько превышающих температуру солидуса рассматриваемой быстрорежущей стали (1260 и 1270 °C, соответственно). Кроме того, экспериментально показано, что на начальной стадии спекания

воднораспыленные порошки с разветвленной формой частиц, по сравнению с газораспыленными порошками, имеющими округлую форму частиц, ведут себя более активно, однако температура окончательного спекания (температура исчезновения открытой пористости) не зависит от формы и определяется только размером исходных порошков. Таким образом, анализ исследований позволяет сделать следующее заключение о влиянии размера и формы частиц на уплотнение распыленных порошков быстрорежущих сталей:

1. Для получения материала с качественной структурой из порошка быстрорежущей стали любой марки температура и длительность спекания должны выдерживаться с высокой точностью. При этом обеспечивается присутствие в спекаемой системе жидкой фазы в объеме от 5 до 17 %.

2. Воднораспыленные порошки, в силу высокой развитости поверхности, легко образуют межчастичные связи, обеспечивая высокий уровень начальной прочности, и могут успешно применяться в технологиях, основанных на прессовании порошков в жестких пресс-формах с последующим спеканием в вакууме. Газораспыленные порошки с гладкой поверхностью частиц почти не поддаются обработке давлением, однако за счет высокой плотности упаковки требуемый уровень свойств, может быть, достигнут посредством спекания свободно насыпанных частиц. При этом выбор температуры окончательного спекания не зависит от формы, а определяется только размером исходных частиц.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Шляпин С. Д. Жидкофазное спекание порошков сплавов / С. Д. Шляпин, В. А. Васильев. Москва : МАТИ, 1989. 84 с.
2. Либенсон Г. А. Оборудование цехов порошковой металлургии / Г. А. Либенсон, В. С. Панов. Москва : Металлургия, 1983. 264 с.
3. Гуляев А. П. Металловедение / А. П. Гуляев. Москва: Металлургия, 1986. 541 с.
4. Progress in liquid phase sintering / W. J. Huppmann [et al.] // Powd.Met.Int. 1979. V. II. № 2. P. 50–51.
5. Чернышева Т. А. Особенности разрушения быстрорежущих сталей Р6М5 и 10Р6М5-МП при сверхпластическом деформировании / Т. А. Чернышева, А. Е. Гвоздев, А. С. Базык // Порошковая металлургия. 1987. № 7. С. 69–75.
6. Wahling R. Manufacture and applications of sintered high-speed steel preforms / R. Wahling, V. Amhold // MPR: Metal Powder Rept. 1988. V. 43. № 3. P. 188, 190–192.
7. Maulik P. Effects of carbon, cobalt and powder annealing on sintering characteristics of BM2 type high speed steel / P. Maulik, W.J.C. Price // Powder Met. 1987. V. 30. № 3. P. 165–174.



**И. В. Снегирёв\***

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

\*igor\_snegirev@mail.ru

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук Ю. Н. Логинов

## СТАТИСТИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ПРОЧНОСТНЫХ СВОЙСТВ ПЛОСКОГО ПРОКАТА ИЗ СПЛАВА В95ОЧ

В работе выполнен статистический анализ прочностных свойств алюминиевого проката из сплава В95оч. Построены функциональные зависимости механических свойств в зависимости от толщины проката. Вычислены основные статистические параметры. Зафиксирован характер изменения анизотропии механических свойств алюминиевого проката.

*Ключевые слова:* статистический анализ, механические свойства, плоская прокатка, алюминиевый сплав, горячая прокатка, высокопрочный сплав.

**I. V. Snegiriov**

## THE STATISTICAL ANALYSIS OF STRENGTH PROPERTIES OF FLAT- ROLLED PRODUCTS FROM V95OCH ALLOY

In work the statistical analysis of strength properties of rolled aluminum from V95och alloy is made. Functional dependences of mechanical properties depending on rolled thickness are constructed. The basic statistical parameters are calculated. The nature of change of anisotropy of mechanical properties of rolled aluminum is recorded.

*Keywords:* statistical analysis, mechanical properties, flat rolling, aluminum alloy, hot rolling, high-strength alloy.

Сплавы системы Al–Zn–Mg–Cu являются высокопрочными и нашли широкое применение в авиационной промышленности. Развитие данной группы сплавов шло по пути совершенствования химического состава и повышения чистоты по примесям [1]. С целью повышения стойкости к образованию трещин, для сплавов системы Al–Zn–Mg–Cu уделяется особое внимание к содержанию кремния и железа. Так появились сплавы повышенной (пч) и особой чистоты (оч).

Целью данной работы являлась оценка влияния технологических параметров на формирование прочностных свойств алюминиевого проката из сплава В95оч с применением методов статистического анализа.

Анализу подвергались данные механических свойств алюминиевого проката, полученного в условиях ОАО КУМЗ. Прокатка осуществлялась на стане горячей прокатки Кварто-2840. Изучался массив данных объемом 2403 значений.

Решающим фактором, влияющим на свойства проката, является окончательная термообработка, которая соответствует состоянию поставки. В данном случае изучалась продукция в состоянии поставки Т2 (закалка и искусственное старение, по смягчающему режиму) [1], так как данных по этому состоянию поставки больше всего. На каждый сортament проката существует своя нормативная документация, обычно это ОСТ и ТУ. Для термообработки плит и листов на твёрдый раствор используется горизонтально-закалочный агрегат.

Согласно ОСТ и ТУ из каждой партии продукции отбирали образцы на механические испытания. Направление вырезки образцов трех видов: поперечное по толщине (ПТ), поперечное по ширине (ПШ) и продольное (ПД). Алгоритм измерений более подробно изложен в статье [2].

Вначале исследованию подвергалась полная выборка прочностных свойств проката по толщине в трех ортогональных друг к другу направлениях. Построен график функциональной зависимости, с линией тренда, полиномиальным уравнением и коэффициентом достоверности аппроксимации для каждой выборки (рис. 1).

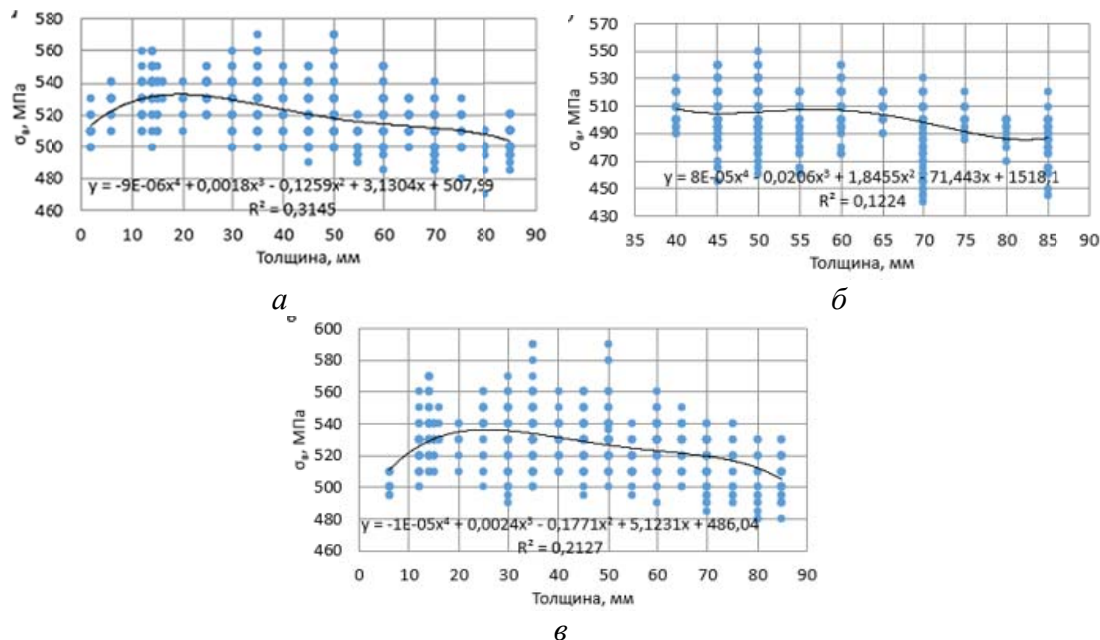


Рис. 1. Временное сопротивление разрыву в зависимости от толщины проката, направление вырезки образцов – поперечное по ширине (*а*), поперечное по толщине (*б*), продольное (*в*)

Как видно из графиков, выборки характеризуются большим расcеевом данных. Коэффициент достоверности аппроксимации для

полиномиального уравнения говорит об очень слабой связи, между толщиной и временным сопротивлением разрыву. Но тем не менее, наблюдается упрочнение проката с ростом деформации, что можно объяснить лучшей проработкой проката по толщине. При прокатке на толщину менее 10 мм, наблюдается заметное уменьшение прочностных свойств, что связано с особенностями технологии производства листов и лент толщиной менее 6 мм, для этого используется метод холодной прокатки.

Для каждой выборки построили частотные гистограммы распределения временного сопротивления (рис. 2).

Как видно из графиков, нормальный характер распределения выполняется для всех измерений с некоторой асимметрией максимумов. Это говорит о стохастическом характере зависимостей.

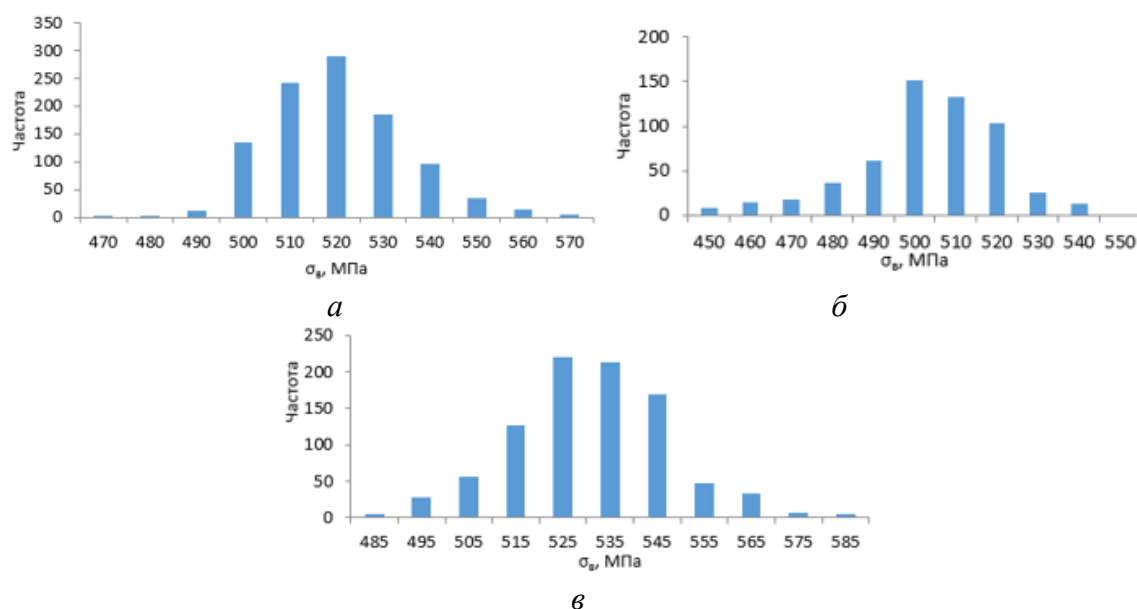


Рис. 2. Частотные гистограммы временного сопротивления разрыву, направление вырезки образцов: поперечное по ширине (а), поперечное по толщине (б), продольное (в)

Следует отметить, что горячая прокатка алюминиевых сплавов сопровождается большим количеством явлений, связанных с изменением структуры и текстуры заготовки [3]. Поэтому результат прокатки не очевиден, можно получить прокат с полностью рекристаллизованной структурой, частично рекристаллизованной, нерекристаллизованной, и даже со слоистым строением структуры [4]. Такое видоизменение часто связано с различным скоростным режимом прокатки [5]. В свою очередь, наличие той или иной структуры влияет и на сам процесс прокатки, обуславливая ее энергосиловые параметры [6].

Следующим шагом было разделение прочностных свойств проката по толщине и вычисление основных статистических параметров для каждой выборки.

Выявлена анизотропия прочностных свойств алюминиевых плит. Наибольшие прочностные свойства зафиксированы у образцов, вырезанных вдоль направления прокатки, чуть меньше (на 1...2 %) свойства образцов вырезанных поперек направления прокатки по ширине, наименьшими прочностными свойствами (меньше на 4...6 %) обладают образцы, вырезанные поперек направления прокатки по толщине. Наибольшей изотропией прочностных свойств обладают плиты толщиной от 11 до 25 мм.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Высокопрочные Al–Zn–Mg–Cu сплавы и легкие Al–Li сплавы / В. В. Антипов [и др.] // МиТОМ. 2011. № 9. С. 27 – 33.
2. Логинов Ю. Н. Статистический анализ механических свойств плоского проката из алюминиевого сплава системы Al–Cu–Mg–Fe–Ni / Ю. Н. Логинов, М. А. Головнин, И. В. Снегирев // Технология легких сплавов. 2017. № 1. С. 29–34.
3. Логинов Ю. Н. Модель описания деформации алюминиевых сплавов при их горячей прокатке с учетом рекристаллизационных процессов / Ю. Н. Логинов, М. Л. Лобанов, М. А. Головнин // Заготовительные производства в машиностроении. 2016. № 9. С. 32–36.
4. Взаимосвязь кристаллографических ориентировок зерен при горячей деформации и рекристаллизации в алюминиевом сплаве АМг6 / Г. М. Русаков [и др.] // МиТОМ. 2014. № 12 (714). С. 15–21.
5. Логинов Ю. Н. Исследование скоростного режима прокатки сляба из алюминиевого сплава с использованием МКЭ / Ю. Н. Логинов, М. Ю. Середкина // Технология легких сплавов. 2015. № 3. С. 121–126.
6. Логинов Ю. Н. Анализ энергозатрат при горячей прокатке листовых полуфабрикатов из алюминия / Ю. Н. Логинов // Производство проката. 2005. № 4. С. 19–24.

УДК539.374.2

**А. В. Ерёмин**\*

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

\**Funk1.ghetto@gmail.com*

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук *Ю. Н. Логинов*

## ЭФФЕКТЫ ПРИ СКОРОСТНОМ ВОЛОЧЕНИИ МЕДНОЙ ПРОВОЛОКИ

Приведены данные, показывающие на высокие уровни скорости деформации при волочении на современном высокоскоростном оборудовании. Показано, что в литературе отсутствует информация о поведении материалов, в том числе о сопротивлении деформации, при таких высоких скоростях скорости деформации.

*Ключевые слова:* медная проволока, волочение, скорость деформации.

**А. V. Yeryomin**

## EFFECTS IN THE HIGH SPEED COPPER WIRE DRAWING

Data are given showing the high levels of strain rate during drawing on modern high-speed equipment. It is shown that in the literature there is no information on the behavior of materials, including the resistance to deformation, at such high values of strain rate.

*Keywords:* copper wire, drawing, strain rate.

Проволоку электротехнического назначения производят из меди или из алюминия как материалов, обладающих наиболее высокой электропроводностью. Обычно принято считать, что медь обладает высокими пластическими свойствами, поэтому производство проволоки не представляет трудностей. При этом забывается, что наиболее высокими пластическими свойствами обладает медь теплотехнического назначения, обычно она раскислена фосфором. Медную катанку, как заготовку, предназначенную для волочения, в настоящее время производят, как правило, методом непрерывной разливки [1] и последующей горячей прокатки [2]. Медь электротехнического назначения отличается повышенным содержанием кислорода, что позволяет нейтрализовать вредное действие примесей, снижающих электропроводность. Это повышенное содержание кислорода приводит к снижению пластических свойств и может обусловить повышенную обрывность проволоки при волочении [3].

Вместе с тем, в процессе волочения добиваются создания таких условий, что катанку удастся деформировать от диаметра 8 мм до диаметра 2 мм без отжига. Коэффициент вытяжки при этом составляет величину  $\lambda = 8^2/2^2 = 16$ , относительное обжатие равно  $\varepsilon = 100 \cdot (\lambda - 1) / \lambda = 94 \%$ . После рекристаллизационного отжига проволоку удастся протянуть до диаметра 200 мкм, при этом  $\lambda = 2^2/0,2^2 = 100$ ,  $\varepsilon = 99 \%$ . Здесь видно, что в производственной практике коэффициент вытяжки на втором этапе волочения удастся повысить в 6 раз. Видимо, можно считать, что тонкая проволока обладает большим запасом пластичности, чем более толстая, хотя и ту и другую проволоку протягивали, начиная с рекристаллизованного состояния.

Объяснение этому явлению дать затруднительно. Допустим, что влияние на пластичность могут оказывать условия обработки толстой и тонкой проволоки. Грубое волочение и тонкое волочение начинаются с небольших скоростей. Поскольку применяются станы многопроходного волочения, то каждый следующий проход из условия постоянства секундных объемов осуществляется с большей скоростью с коэффициентом пропорциональности, примерно равным коэффициенту вытяжки. В результате скорость многократно возрастает. Для примера, если скорость на первом барабане была 0,3 м/с, то при грубом волочении она возрастет в 16 раз и составит 4,8 м/с (хотя она может доходить до 20 м/с), а при тонком волочении соответственно 30 м/с.

Для расчета скорости деформации при волочении применяют следующую формулу

$$\xi = \frac{6 \ln \lambda \cdot \operatorname{tg} \alpha}{(\lambda \sqrt{\lambda} - 1) \cdot d_1} v_1, \quad (1)$$

где  $\alpha$  – полуугол волоки;  $d_1$  и  $v_1$  – диаметр волоки и скорость выхода проволоки из волоки, соответственно.

Полуугол волоки при волочении меди принимают около  $10^\circ$ , что обусловлено свойствами материала [4].

Выполненные расчеты показывают, что при существующих режимах обжатий скорость деформации при линейной скорости на выходе из стана грубого волочения 20 м/с находится около  $6000 \text{ с}^{-1}$ . Как это следует из формулы (1) на стане тонкого волочения при тех же режимах должна оказаться больше во столько раз, во сколько раз произошло утонение проволоки: с 2 мм до 0,2 мм, т. е. в 10 раз. Таким образом, скорость деформации составит величину  $60000 \text{ с}^{-1}$ .

Насущная проблема состоит в том, что существующие средства испытаний материалов не могут развивать такие скорости деформации. Отрывочные данные есть по результатам испытаний на пластометрах при использовании тонких образцов в виде пластинок. Они говорят о том, что сопротивление деформации ощутимо возрастает. Подобные же данные получены при испытаниях медной проволоки, в том числе, протянутой с

различными скоростями [5, 6]. Выявлено, что медная проволока при высокоскоростном волочении получается прочнее. Сейчас это объясняется процессами текстурирования, которые могут зависеть от скорости. Подтверждение значительному развитию процессов текстурирования, особенно в состоянии высокой нагартовки, изложено в статье [7].

При этом диаметр 200 мкм все-таки принято считать предельным для тонкого волочения, при дальнейшем волочении без отжига нарастает риск повышенной обрывности, тем более, что волочение осуществляют в режиме скольжения. Поэтому более тонкую проволоку, ее называют тончайшей, получают волочением на других машинах с промежуточным отжигом.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Логинов Ю. Н. Формоизменение и сопротивление деформации анизотропной непрерывно-литой меди / Ю. Н. Логинов, А. Ю. Зуев // Заготовительные производства в машиностроении. 2011. № 1. С. 32–37.
2. Структурное состояние медной катанки, полученной при непрерывном процессе литья-прокатки / Ю. Н. Логинов [и др.] // Цветные металлы. 2013. № 8 (848). С. 87–92.
3. Логинов Ю. Н. Исследование изменения относительного сужения кислородсодержащей медной проволоки по маршруту волочения / Ю. Н. Логинов, А. С. Осминин, Т. П. Копылова // Заготовительные производства в машиностроении. 2012. № 5. С. 29–32.
4. Логинов Ю. Н. Влияние угла рабочей зоны волоки на напряженное состояние в очаге деформации при волочении меди / Ю. Н. Логинов // Цветные металлы. 2010. № 3. С. 94–97.
5. Влияние скорости деформации на свойства электротехнической меди / Ю. Н. Логинов [и др.] // Металлы. 2011. № 2. С. 31–39.
6. Effect of the strain rate on the properties of electrical copper / Y. N. Loginov [et al.] // Russian metallurgy (Metally). 2011. V. 2011. № 3. P. 194–201.
7. Unusual young's modulus behavior in ultrafine-grained and microcrystalline copper wires caused by texture changes during processing and annealing / P. P. Pal-Val [et al.] // Materials Science and Engineering: A. 2014. V. 618. P. 9–15.

**М. П. Пузанов<sup>\*</sup>, С. И. Степанов**

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

<sup>\*</sup> *puzanovmp@yandex.ru*

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук *Ю. Н. Логинов*

## ИССЛЕДОВАНИЕ АНИЗОТРОПИИ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ ТРАНСФОРМАТОРНОЙ СТАЛИ В ХОЛОДНОКАТАНОМ СОСТОЯНИИ

В настоящей работе было проведено испытание на растяжение образцов сплава Fe–3%Si в состоянии после холодной прокатки. Испытания проводили в трёх направлениях: направление прокатки, поперечное и диагональное (45° относительно направления прокатки). Было обнаружено, что величина временного сопротивления в направлении прокатки на 5 % меньше, чем в поперечном направлении.

*Ключевые слова:* анизотропия, сплав Fe-3%Si, механические свойства.

***M. P. Puzanov, S. I. Stepanov***

## MECHANICAL PROPERTIES ANISOTROPY RESEARCH OF COLD ROLLED TRANSFORMER STEEL

Tensile tests of Fe–3%Si alloy cold rolled samples were carried out in this paper. There were three orientations of samples for tensile tests: rolling direction, transverse direction and diagonal direction (45° to rolling direction). It was discovered that ultimate strength value in rolling direction is less than transverse direction by 5 %.

*Keywords:* anisotropy, Fe–3%Si alloy, mechanical properties.

В процессах обработки металлов давлением образование в деформируемом материале кристаллографической текстуры является широко распространённым явлением. Наличие в металлах и сплавах текстуры в значительной мере определяет анизотропию их механических свойств, существенно затрудняя процесс обработки. Особенно это актуально для процесса холодной прокатки, поскольку вызванная текстурой анизотропия механических свойств может существенно влиять на свойства проката после термической обработки [1–3]. Исследованию механической анизотропии металлических сплавов в холоднокатаном состоянии посвящено множество работ. В них оценка анизотропии проката выполняется по результатам механических испытаний в трёх направлениях: 0°, 45° и 90° относительно направления прокатки. Так, в работе [4] показано, что при испытании на сжатие титановых сплавов



Grade 1 и Grade 2 напряжение пластического течения в направлении, поперечном направлению прокатки, в среднем на 15 % превышает аналогичную величину в направлении прокатки и в диагональном направлении.

Электротехническая анизотропная сталь (ЭАС, трансформаторная сталь, сплав Fe-3%Si) – это листовая, холоднокатаная, кремнистая сталь, обладающая уникальными магнитными свойствами вдоль направления прокатки, которые обусловлены наличием в ней ребровой текстуры вторичной рекристаллизации  $\{110\}<001>$ . Данный материал главным образом используется в производстве магнитопроводов силовых трансформаторов, поэтому качество данного материала во многом определяет эффективность функционирования энергетической отрасли в целом. Одним из перспективных методов снижения магнитных потерь в ЭАС является уменьшение толщины проката. В настоящее время ведущие фирмы-производители способны серийно выпускать ЭАС толщиной 0,23 мм с магнитными потерями  $P_{1.7/50} < 0,77$  Вт/кг. В работах [5, 6] отмечено, что является перспективным создание технологии производства ЭАС толщиной 0,15–0,18 мм, что позволит снизить магнитные потери до  $P_{1.7/50} \leq 0,35$  Вт/кг. В июне 2016 г. основными мировыми производителями трансформаторной стали в рамках 7-ой Международной конференции «Magnetism and Metallurgy» отмечалось, что планомерное ужесточение требований по энергоэффективности трансформаторов в странах ЕС и Китае делает целесообразным проведение научно-промышленных работ, направленных на дальнейшее утонение сортамента трансформаторной стали с целью минимизации её электромагнитных потерь.

В работе [7] указывается, что большинство зёрен электротехнической кремнистой стали после холодной прокатки на конечную толщину с суммарным обжатием 57,4 % имеет неострую текстуру  $\alpha$ -волокна, в поверхностных слоях присутствует октаэдрическая ориентировка  $\{111\}<112>$ . Очевидно, что при формировании текстуры в процессе холодной прокатки в стальном листе развивается и анизотропия механических свойств, которую необходимо учитывать при анализе напряжённо-деформированного состояния в очаге деформации. Целесообразность этого очевидна для проектирования технологии производства ЭАС толщиной 0,15–0,18 мм, когда возрастающая с обжатием анизотропия механических свойств может заметно снижать обрабатываемость сталей на прокатных переделах [8], что особенно актуально для малопластичной кремнистых сталей.

Цель настоящей работы – установление характера анизотропии механических свойств кремнистой, электротехнической стали в холоднокатаном состоянии.

В качестве исследуемого материала использовали листы сплава Fe-3%Si. Листы кремнистой стали были прокатаны на стане кварто в

холодном состоянии с толщины 0,70 мм до 0,26 мм с суммарным обжатием 62,9 %. Прокатку осуществляли со смазкой, для чего использовали водно-масляную эмульсию. Реализованная в эксперименте степень суммарного обжатия сплава соответствует уровню деформации и анизотропии, накопленным полосой кремнистой стали к последнему проходу при прокатке на конечную толщину металла тонкого сортамента (0,15–0,18 мм). Из холоднокатаных листов для испытаний на растяжение были подготовлены плоские образцы, ориентированные под углом 0° 45° и 90° относительно направления прокатки. Образцы имели ширину 30 мм и длину рабочей части 240 мм. Перед растяжением образцы были обезжирены с использованием водно-щелочного раствора и спирта. Для каждой ориентации относительно направления прокатки проводили по 3 испытания согласно ГОСТ 1497–84. Растяжение образцов выполняли на растяжной машине «2161 Р-5», скорость деформации при испытаниях составила 0,00125 с<sup>-1</sup>.

В ходе испытаний было установлено, что участок пластической деформации на исследуемом материале практически отсутствует, что объясняется исчерпанием запаса пластичности вследствие значительного деформационного упрочнения полученного в ходе холодной прокатки. Для оценки анизотропии механических свойств материала измеряли величину временного сопротивления (предела прочности)  $\sigma_b$ . Результаты испытаний представлены в таблице.

Таблица

Результаты испытаний на растяжение

№ образца	Ориентация образца	$\sigma_b$ , МПа
1	0°	1000
2	0°	957
3	0°	1032
<b>Среднее</b>	<b>0°</b>	<b>996</b>
4	45°	1008
5	45°	1051
6	45°	958
<b>Среднее</b>	<b>45°</b>	<b>1006</b>
7	90°	1082
8	90°	1069
9	90°	990
<b>Среднее</b>	<b>90°</b>	<b>1047</b>

Из таблицы видно, что величина временного сопротивления холоднокатаной трансформаторной стали различна в зависимости от ориентации образца. По данным таблицы построена диаграмма,

отражающая зависимость временного сопротивления холоднокатаной трансформаторной стали от направления в плоскости листа. Диаграмма представлена на рисунке.

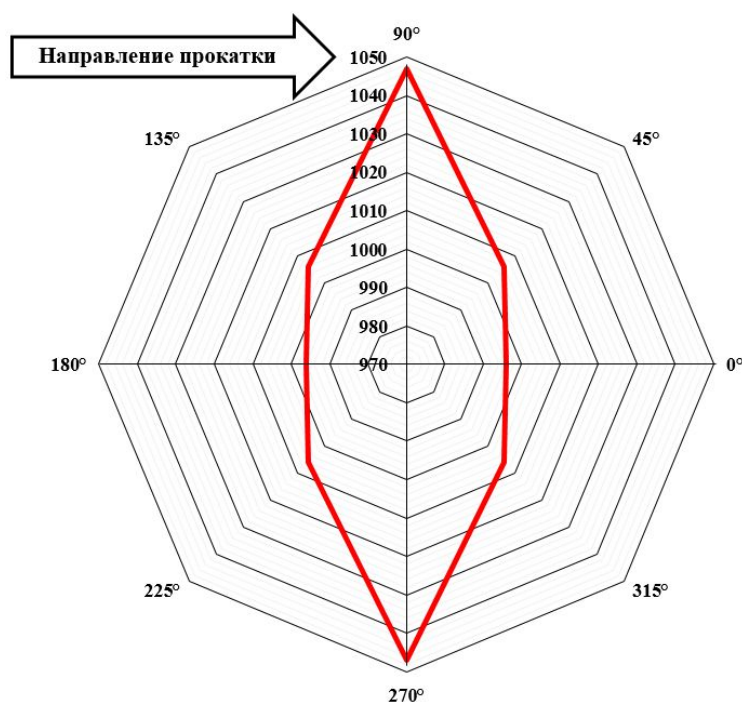


Рис. Временное сопротивление холоднокатаной трансформаторной стали в различных направлениях

Как видно из рисунка величина временного сопротивления холоднокатаной трансформаторной стали в направлении прокатки и в диагональном направлении практически одинакова. В поперечном направлении величина временного сопротивления в среднем на 5 % больше, чем в направлении прокатки. Таким образом, результаты испытаний показывают, что при холодной прокатке трансформаторной стали упрочнение в плоскости листа происходит неоднородно, что можно объяснить образованием в металле кристаллографической текстуры деформации.

В настоящей работе показано, что во время холодной прокатки в плоскости листа трансформаторной стали развивается значимая анизотропия механических свойств. Наибольшему деформационному упрочнению металл подвергается в поперечном направлении относительно направления прокатки, что может быть объяснено развитием в прокатываемом листе текстуры деформации. Установленную анизотропию механических свойств необходимо учитывать при анализе напряжённо-деформированного состояния в очаге деформации для оптимизации существующих и создания новых технологических режимов обработки данной стали в промышленных условиях.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Influence of heat treatment on the microstructure, texture and formability of 2024 aluminium alloy / C. K. S. Moy [et al.] // *Materials Science and Engineering: A*. 2012. V. 552. P. 48–60.
2. Recrystallization texture of cold rolled and annealed IF steel produced from ferritic rolled hot strip / A. Elsner [et al.] // *Materials Science Forum*. 2004. V. 467–470. № 1. P. 257–262.
3. Microstructures and properties of Al–Mg–Sc aluminum alloy sheet at different orientations / Q. Chen [et al.] // *Journal of Central South University (Science and Technology)*. 2013. V. 44. № 3. P. 921–929.
4. Anisotropic deformation behavior under various strain paths in commercially pure titanium Grade 1 and Grade 2 sheets / N. Yi [et al.] // *Materials Science and Engineering: A*. 2016. V. 655. P. 70–85.
5. Kubota T. Recent progress and future trend on grain-oriented silicon steel / T. Kubota, M. Fujikura, Y. Ushigami // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2000. V. 215–216. P. 69–73.
6. Xia Z. Developments in the production of grain-oriented electrical steel / Z. Xia, T. Kang, Q. Wang // *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 2008. V. 320. № 23. P. 3229–3323.
7. Кононов А. А. Распределение кристаллографических ориентировок в анизотропной электротехнической стали на прокатных переделах / А. А. Кононов, О. Г. Зотов, А. И. Шамшурин // *МиТОМ*. 2014. № 8. С. 49–53.
8. Effects of cold rolling on microstructure and mechanical properties of Fe–30Mn–3Si–4Al–0.093C TWIP steel / Y. F. Shen [et al.] // *Materials Science and Engineering: A*. 2013. V. 561. P. 329–337.

**Ю. А. Ежов<sup>\*</sup>, Л. М. Железняк, Е. Ю. Слукин**

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина, г. Екатеринбург

<sup>\*</sup> *rutizar22@yandex.ru*, *e.a.anderiukova@urfu.ru*, <sup>\*\*</sup> *j.n.loginov@urfu.ru*

Научные руководители – доценты, канд. техн. наук *Е. Ю. Слукин, Л. М. Железняк*, проф., д-р техн. наук *Ю. Н. Логинов<sup>\*\*</sup>*

## МОДЕЛИРОВАНИЕ КОВКИ СЛИТКА ИЗ БЫСТРОРЕЖУЩЕЙ СТАЛИ МАРКИ Р6М5

При разработке технологических режимов ковки слитков из быстрорежущей стали Р6М5 было проведено моделирование четырех основных технологических операций с применением программного комплекса QForm v8, даны рекомендации по назначению режимов ковки.

*Ключевые слова:* ковка, быстрорежущие стали, температурный диапазон, метод конечных элементов.

***Y. A. Ezhov, L. M. Zheleznyak, E. Y. Slukin***

## MODELING OF THE CURRENT OF THE COLLAR OF THE QUICK STAINLESS STEEL OF THE R6M5 MARK

When developing technological regimes for forging ingots from high-speed steel P6M5, four basic technological operations were simulated using the QForm v8 software package, and recommendations were given on the design of forging regimes.

*Ключевые слова:* forging, high-speed steels, temperature range, finite element method.

Применение горячей ковки в металлургии и машиностроении предопределено двумя основными задачами: осуществить формоизменение металла и улучшить его структуру для повышения механических характеристик. Проблемой является подбор таких режимов ковки, при которых металл будет сохранять приемлемый уровень пластичности в течение всего этого многопереходного процесса. Быстрорежущая сталь Р6М5 обладает невысоким уровнем пластических свойств [1, 2], поэтому необходимо создать такой температурно-деформационный режим обработки, при котором она не будет подвергаться разрушению [3]. Вместе с тем, есть предложения из-за трудностей, возникающих при ковке стали, отказаться от ее проведения и применять только в литом состоянии [4], либо получать методами

порошковой металлургии [5]. Если же методы обработки давлением применять, то предполагается, что сталь такого типа должна подвергаться не менее 10–12-кратному укову для придания ей достаточной однородности и более или менее благоприятного распределения карбидов.

Наиболее экономичным вариантом подбора параметров является математическое моделирование, которое в последнее время осуществляется с помощью пакетов прикладных программ, основанных на применении метода конечных элементов [6].

Для выполнения расчета применен программный комплекс QFORM, хорошо себя зарекомендовавший при анализе кузнечных операций [7].

Использована следующая постановка задачи: проковать цилиндрический слиток из стали марки Р6М5 диаметром 140 мм и высотой 270 мм с целью ликвидации в его структуре карбидной сетки и по завершенииковки придать поковке первоначальные размеры слитка (ориентировочно). Начальная температура заготовки (распределена равномерно) равна 1100 °С.

Технологическая схема включала следующие операции:

- осадка;
- первый этап протяжки;
- второй этап протяжки;
- третий этап протяжки.

На рис. 1 представлено распределение полей температур заготовки в процессе осадки, откуда видно, что нижний торец заготовки сильно захлаживается.

Можно сделать вывод, что после третьего удара необходима кантовка заготовки на 180°. Также перед началомковки рекомендуется нанести на нижний боек теплоизолирующую смазку, например, стеклянный порошок, т. к. стеклосмазки способствуют снижению трения, улучшению качества поверхностей изделий, увеличению стойкости инструмента и уменьшению теплотерь.

При осадке наблюдается высокий уровень интенсивности напряжений (рис. 2) на периферии нижнего торца цилиндра, что может привести к трещинообразованию вследствие действия термических напряжений в зоне резкого перепада температур металла, которые накладываются на напряжения, возникающие в металле при ковке.

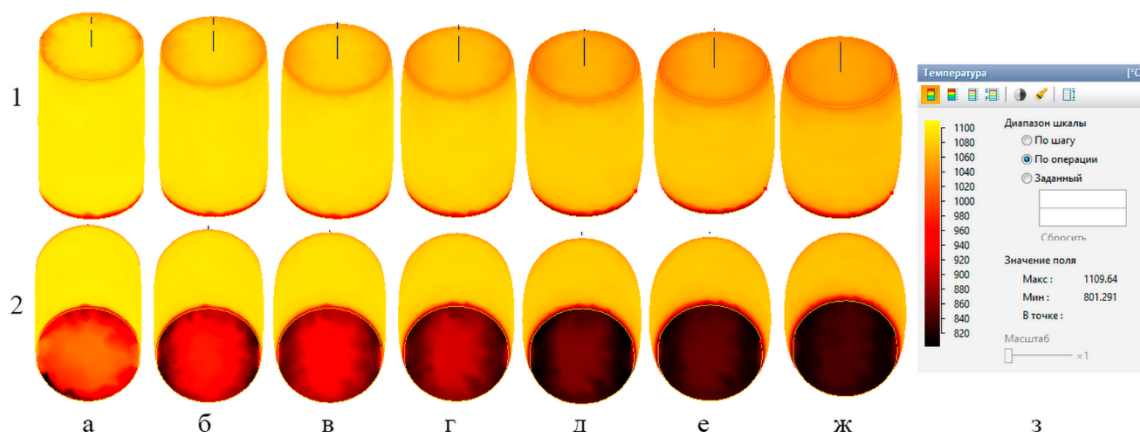


Рис. 1. Расчетные температурные поля при ковке: 1 – вид со стороны верхнего бойка; 2 – вид со стороны нижнего бойка; а–жс – удары с 1 по 7; з – шкала температур (градусы Цельсия)

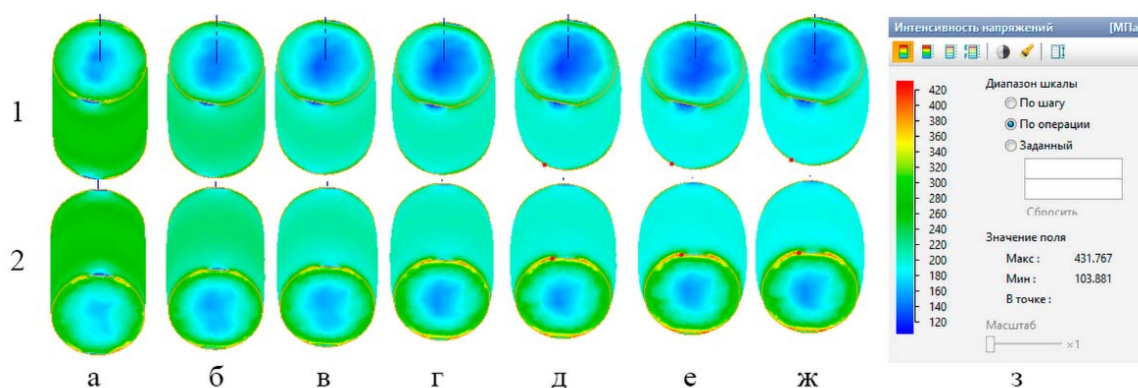


Рис. 2. Распределение интенсивности напряжений: 1 – вид со стороны верхнего бойка; 2 – вид со стороны нижнего бойка; а–жс – удары с 1 по 7; з – шкала интенсивности напряжений, МПа

Анализ распределения интенсивности напряжений при кузнечной протяжке показал, что значительная концентрация напряжений наблюдается на границах контакта поверхностей заготовки и бойков. Особое внимание следует уделить интенсивностям напряжений на контакте с нижним бойком по завершению последних четырех ударов. На границах контакта, особенно ближе к верхнему торцу заготовки, наблюдаются значительные концентрации напряжений, что может привести к трещинообразованию.

С учетом рекомендаций была составлена технологическая схемаковки стали Р6М5 и проведен производственный эксперимент на молоте с массой падающих частей 1000 кг. Данные эксперимента, в основном, согласуются с данными расчетов.

Несмотря на наличие отрывочных сведений [8], на сегодняшний день не до конца ясным остается вопрос, насколько быстро проходит динамическая и статическая рекристаллизация стали Р6М5. Наличие

ответа на этот вопрос позволило бы более обоснованно назначать параметры упрочнения стали при каждом ударе молота и при смене видаковки.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Артингер И. Инструментальные стали и их термическая обработка. Москва : Металлургия, 1982. 312 с.
2. Fu H.-G. Structures and properties of modified M2 cast high speed steel. Hangkong Cailiao Xuebao/ H.-G. Fu, J.-D. Xing // Journal of Aeronautical Materials. 2003. 23(1). P. 7–10.
3. Хайдоров А. Д. Влияние термоциклической обработки на структуру литой быстрорежущей стали Р6М5-Ш. / А. Д. Хайдоров, С. Ю. Кондратьев // Металловедение и термическая обработка металлов. 2011. № 6. С. 42–47.
4. Исследование структуры и свойств модифицированной стали Р6М5. / В. В. Акимов [и др.] // Омский научный вестник. 2015. № 137. С. 19–22.
5. Processing of M2 powder metallurgy high-speed steel by means of starch consolidation / Romano P. [et al.] // Materials Science and Engineering: A. 2006. V. 419. Iss. 1–2. P. 1–7.
6. Логинов Ю. Н. Метод конечных элементов в описании напряженно деформированного состояния процесса прессования / Ю. Н. Логинов, В. В. Котов. Екатеринбург : УрФУ. 2010. 320 с.
7. Ершов А. А. Оценка последствий разупрочнения металла в процессе горячей деформации с применением программного комплекса QFORM V8. / А. А. Ершов, Ю. Н. Логинов, С. Л. Демаков // Металлург. 2015. № 8. С. 31–34.
8. Imbert C. A. C. Dynamic recrystallization of A2 and M2 tool steels. / C. A. C. Imbert, H.J. McQueen // Materials Science and Engineering: A. 2001. V. 313. Iss. 1–2. P. 104–116.



**Ю. А. Ежов\*, Л. М. Железняк**

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

\**rutizar22@yandex.ru, e.a.anderiukova@urfu.ru*

Научный руководитель – доцент, канд. техн. наук Л. М. Железняк

## ПОВЫШЕНИЕ ТВЕРДОСТИ КОЛЛЕКТОРНЫХ ПОЛОС ИЗ НЕТЕРМОУПРОЧНЯЕМЫХ БРОНЗ

Разработан и обоснован технологический режим, испытанный на промышленных партиях коллекторных полос клиновидного сечения высотой до 100 мм из нетермоупрочняемых бронз и содержащий 3–5-проходное волочение горячепрессованных заготовок при отсутствии промежуточных отжигов и с регламентацией коэффициентов вытяжки. Готовые профили с твёрдостью, существенно выше стандартной, повышают износостойкость коллектора – важнейшего узла тяговых электрических машин магистральных локомотивов.

*Ключевые слова:* нетермоупрочняемые бронзы, коллекторные полосы, маршруты волочения, коэффициенты вытяжки, составная волока, твердость полос, эффективность технологии.

**Y. A. Ezhov, L. M. Zheleznyak**

## INCREASING THE HARDNESS OF COLLECTOR BANKS FROM NON-THERMAL-BROAD BRONZE

The technological regime tested on industrial batches of collector strips of wedge-shaped cross-section up to 100 mm in height from non-heat-strengthened bronze with 3 to 5 passing drawing of hot-pressed billets in the absence of intermediate annealing and with the regulation of drawing coefficients was developed and justified. Finished profiles with a hardness significantly higher than the standard increase the wear resistance of the collector – the most important unit of traction electric cars of the main railway locomotive.

*Keywords:* non-heat-strengthened bronze, collector strips, drawing routes, drawing coefficients, composite drawing, band hardness, technology efficiency.

Коллекторные полосы клиновидного сечения из нетермоупрочняемых бронз (кадмиевой, магниевой и др.) – ответственная продукция цветметобработки, так как согласно ГОСТ и ТУ они должны иметь: высокую точность размеров  $a$ ,  $b$ ,  $h$  и угла  $\alpha$  поперечного сечения (рисунок), чтобы коллектор – важный узел электрической машины постоянного тока работал надёжно и долговечно; достаточную твёрдость, чтобы противостоять механическим нагрузкам и истиранию; высокое

качество поверхности и макрогеометрии полос (отсутствие волнистости, серповидности и др.); электропроводность, близкую к электропроводности меди.

Коллекторные профили получают многократным волочением горячекатаных или горячепрессованных заготовок через цельные или составные волокна, оба типа волокон выполняют из инструментальных сталей и твёрдых сплавов. На электромашиностроительных заводах из них вырубают ламели – базовые детали коллектора, от стабильной работы которого зависит срок эксплуатации электрической машины.

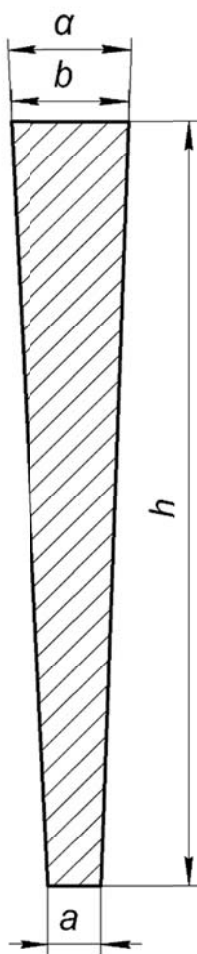


Рис. Коллекторный профиль

Промежуточные заготовки крупных сечений подвергают волочению в отрезках (в концах), их отжиг – окислительный, поэтому предусмотрены травление, промывка в холодной и горячей воде, сушка, транспортирование партий металла; в итоге возрастает трудоёмкость и ухудшается экологическая ситуация. При этом однократное травление широких полос удаляет окалину не полностью из-за плотного прилегания полосы к полосе, поэтому предусмотрено дотравливание, проводимое

после зарубки и завальцовки концов полос. Всё это дополнительно повышает трудо-, энерго- и материалоемкость используемой технологии. В связи с изложенным целесообразно обратить внимание на следующее.

С целью достижения надлежащей твёрдости полос чистовой проход волочения проводят с достаточно высокой вытяжкой, но не превышающей 1,25–1,33 [1, 2], чтобы избежать обрывов переднего конца и получить требуемые нормативами кривизну, серповидность, волнистость.

Повышение эксплуатационных свойств полос, в частности твёрдости – главное условие увеличения стойкости коллектора на истирание и, следовательно, роста ресурса машины.

С целями значительного повышения твёрдости полос из термически неупрочняемых бронз, а также снижения трудо-, энерго- и материалоемкости технологии и улучшения экологической ситуации разработано и практически реализовано следующее технологическое решение [3].

Горячепрессованную заготовку волочат, интегрируя деформационное упрочнение металла и регламентируя нарастание суммарного коэффициента вытяжки до значений  $\lambda_{\Sigma} = 1,6\text{--}3,0$ , при этом вытяжку устанавливают в следующих интервалах: 1,2–1,36 в первом проходе, 1,17–1,22 во втором и последующих проходах, включая чистовой. Далее представлен механизм осуществления разработанного режима.

1. В условиях действующего производства наиболее подходящей является прессованная заготовка, так как она имеет более высокую пластичность по сравнению с горячекатаной: во-первых, вследствие мягкой схемы напряженного состояния при прессовании с преобладанием сжимающих напряжений; во-вторых, из-за нередкого на практике выхода температуры конца прокатки за нижний предел интервала, что снижает пластичность заготовки и приводит к необходимости её отжига перед волочением; в-третьих, качество поверхности прессованной заготовки, как правило, выше, чем катаной, поскольку при прессовании практически все поверхностные дефекты литой заготовки остаются в пресс-остатке, а при горячей прокатке, помимо пороков литья, на поверхности заготовки появляются дефекты прокатного происхождения.

2. Важное отличие нового регламента от традиционной технологии, кроме ликвидации отжигов и сопутствующих им вспомогательных операций, – создание режима гидродинамического трения (РГТ) путём применения напорных, т. е. нагнетающих смазку волок, и использования порошкообразной смазки [4]. Эффективным и экономически целесообразным преимуществом новой схемы является отсутствие необходимости изготовления напорных волок, так как для них используют отработавшие свой ресурс рабочие волокна, у которых размеры канала после его реставраций превысили допуски на размеры сечения профиля. С учётом того, что стойкость напорной волокни существенно

выше стойкости рабочей, можно использовать рабочую волоку с изношенным каналом в качестве напорной, а канал напорной волоки обрабатывать до размеров каналов рабочей или напорной волок предыдущего прохода и т. д.

3. Профиль каналов напорных и рабочих волок традиционно включает входную, смазочную, деформационную, калибрующую и выходную зоны. Размеры калибрующей зоны напорной волоки должны быть такими, чтобы между поступающей в неё заготовкой и поверхностью этой зоны имелся зазор – с целью втягивания сухой смазки и создания РГТ. Его величина на основании опытных данных авторов составляет 0,2–0,4 мм на сторону. С целью создания надёжного РГТ полууглы деформационной зоны напорных и рабочих волок назначают невысокими и в узком диапазоне, равным 5–7.

4. Волочильный канал твёрдосплавных напорной и рабочей вставок сборной волоки [4] получают электроэрозионным вырезанием на прецизионном станке AGIECUT CLASSIC 2S (Швейцария), применяя в качестве расходного электрода проволоку диаметром 0,25 мм из латуни марки Л63. Таким образом, высокая точность обработки волочильного канала с целью реализации регламента согласно [3] достигается вполне надёжно.

5. Частные коэффициенты вытяжки по проходам  $\lambda_i$  назначают с учетом высокой пластичности горячепрессованной заготовки: 1,28...1,36 – в первом проходе; а с учетом накопленного металлом деформационного упрочнения и во избежание обрывов переднего конца: 1,17–1,22 – во втором и последующих проходах. Такое распределение  $\lambda_i$  в маршрутах неоднократно проверено в производственных условиях и зарекомендовало себя вполне надёжным.

Практическая реализация режима волочения [3] весьма перспективна, так как улучшаются следующие показатели.

1. Повышены потребительские свойства профилей крупного сечения из нетермоупрочняемых бронз в результате увеличения их твёрдости. Интенсивное деформационное упрочнение металла снижает его пластичность, однако её уровня достаточно для соответствия нормативам как по состоянию поверхности профилей (отсутствуют задиры и риски), так и для их последующей холодной штамповки. В частности, при проведении в присутствии авторов операции вырубki ламелей из коллекторных полос высотой 100 мм, полученных по технологическому регламенту [3], нарушения качества изделий не зафиксировано.

2. Снижены трудо-, энерго- и материалоёмкость производства профилей за счёт ликвидации промежуточных отжигов и сопутствующих операций – травления, промывки, сушки, транспортирования.

3. Отсутствие химической обработки заготовок (травления) улучшает экологическую ситуацию как непосредственно в волочильном цехе, так и на предприятии в целом.

4. Получена твёрдость по Бринеллю готовых коллекторных полос в интервале 1200–1250 МПа, т. е. существенно выше значений, нормированных стандартами.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Боков Н. Ф. Коллекторные профили из электротехнических бронз производства ОАО «Каменск-Уральский завод ОЦМ» / Н. Ф. Боков, Л. М. Железняк, Т. В. Мазунина // Цветная металлургия. 2010. № 7. С. 10–18.
2. Перлин И. Л. Теория волочения. / И. Л. Перлин, М. З. Ерманок. Изд. 2-е Москва : Металлургия, 1971. 488 с.
3. Пат. РФ № 2468877. Способ производства профилей из электротехнических бронз. // БИ № 34, 2012.
4. Патент РФ № 2434700. Сборная волока для волочения в режиме гидродинамического трения изделий из труднодеформируемых сплавов. // БИ № 33, 2011.

***Е. В. Иванов<sup>1</sup>, Н. Н. Загиров<sup>1</sup>, Ю. Н. Логинов<sup>2</sup>***

<sup>1</sup>Сибирский федеральный университет (СФУ), Красноярск

<sup>2</sup>Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина, Екатеринбург

*kafomd\_1@mail.ru*

## ПРОЯВЛЕНИЯ НЕСПЛОШНОСТИ ПРИ РЕЦИКЛИНГЕ НЕМЕРНЫХ ОТРЕЗКОВ МЕДНОЙ ПРОВОЛОКИ

Разработана принципиальная схема получения длинномерной медной проволоки из представляющих отходы производства отдельных ее фрагментов, базирующаяся на применении только методов обработки давлением и термообработки. В экспериментальной работе выявлены дефекты сплошности, что снижает уровень механических характеристик по сравнению с проволокой, изготовленной из компактной меди.

*Ключевые слова:* медь, проволоочные отходы производства, брикетирование, экструзия, волочение, отжиг, механические свойства, структура.

***E. V. Ivanov, N. N. Zagirov, Yu. N. Loginov***

## DISTINCONNABILITY IN RECYCLING OF THE MEDIUM WIRE LININGS

The principal scheme for obtaining long-length copper wire from waste products of individual fragments representing waste is developed, based on the use of only methods of pressure treatment and heat treatment. In the experimental work, defects of continuity were detected, which reduces the level of mechanical characteristics compared to a wire made of compact copper.

*Keywords:* copper, wire wastes of production, briquetting, extrusion, drawing, annealing, mechanical properties, structure.

В отличие от сплавов меди (бронз, латуней) сама медь выступает в роли материала не конструкционного, а функционального назначения. В результате большая часть изделий из меди выпускается в виде проводников тока и труб различного диаметра. Известно, что в структуре себестоимости готовой продукции во многих случаях около 50 % занимает стоимость исходного сырья. Поэтому поиск наиболее рациональных путей использования для изготовления конкретных изделий соответствующих отходов производства будет способствовать снижению общего расхода металла на единицу готовой продукции.

При рассмотрении вопросов, касающихся переработки сыпучих сортных металлических отходов, минуя плавильный передел [1], важное значение имеет предполагаемая область применения получаемых таким образом металлоизделий. Одним из вариантов, который представляется наиболее логичным, является изготовление из имеющихся в наличии отходов непосредственно той продукции, которая и послужила основой для их образования. В первую очередь это касается обрывков и кусочных фрагментов отходов холоднотянутой проволоки.

Источники возникновения отходов в этой области следующие.

- Непосредственно в производстве длинномерных изделий методом волочения возникает передняя обрезь из-за необходимости утонения переднего конца для заправки в волоку.
- На волочильных станах, реализующих процесс непрерывного волочения, применяется сварка заготовок встык, для чего торцы соседних заготовок подвергают обрезке с возникновением отходов.
- При сварке заготовок образуется грат, который должен быть удален и который представляет собой самостоятельный вид отходов производства [2].
- Волочильный передел так или иначе сопровождается обрывностью [3], с большим количеством причин ее происхождения, при перезаправке станов возникают дополнительные отходы в виде немерных отрезков проволоки.
- В технологии производства электрических машин и трансформаторов поставка проводника тока осуществляется с избытком по длине, после намотки статора, ротора или сердечника этот избыток остается в виде немерного отрезка проволоки, представляющего в таком состоянии отходы производства.

Этот перечень показывает, что источники появления отходов являются не случайными, а постоянными факторами реального производства.

В работе в качестве исходного материала для получения изделий были выбраны сортные отходы в виде проволочной обрезки из меди марки М1, диаметр 2,2 мм; временное сопротивление разрыву  $270 \pm 5$  МПа; относительное сужение  $\Psi = 50 \%$ .

Разработанная общая технологическая схема изготовления длинномерной проволоки предполагала выполнение следующих основных операций.

Подготовка исходных компонентов к компактированию, подразумевающая, в силу специфики их происхождения, лишь незначительную очистку от посторонних включений и промывку в содовом растворе для удаления следов смазки.

Горячее брикетирование в жесткой пресс-форме при температуре порядка 450–500 °С, давлении брикетирования 200 МПа и времени выдержки при этом давлении в течение 5 мин.

В результате были получены прессовки с соотношением высоты к диаметру, равным порядка 0,75. Интегральная плотность прессовки составляла 8,3 г/см<sup>3</sup>, что соответствовало относительной плотности около 93 %.

Нагрев прессовки до температуры 900 °С в стоящей рядом с вертикальным прессом усилием 1 МН печи, подача нагретой заготовки к прессу и горячая экструзия через коническую матрицу прямым методом.

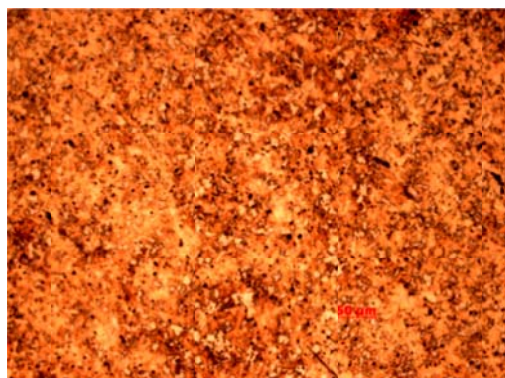
Однократное холодное волочение на цепном волочильном стане усилием 50 кН, осуществляемое по маршруту: 6,0–5,0–4,0–3,5–3,0–2,6–2,2 мм. При его составлении учитывалась возможность проведения после одного из этапов обработки давлением операции «отжиг» при температуре 500 °С и времени выдержки 60 мин.

Одновременно с выполнением механических испытаний полученной проволоки с использованием микроскопа AXIO OBSERVER.D1m были проведены исследования ее структуры в продольном и поперечном направлениях (рис.). В качестве сравниваемых объектов были выбраны: фрагмент исходных кусочных проволочных отходов (характерная структура приведена на рис. а); проволока диаметром 2,2 мм, изготовленная из горячепрессованного прутка без проведения промежуточного отжига (рис. б); проволока того же диаметра, изготовленная с промежуточным отжигом на диаметр 4 мм (рис. в). Из сопоставления структур следует, что полученная из отходов проволока не совсем отвечает требованиям по сплошности. Причем в большей мере это касается периферийных участков проволоки, где в первую очередь и начинают появляться разрывы. Формоизменение дефектов при волочении рассмотрено в статьях [4, 5], где было показано, что размер несплошности может быть уменьшен при рациональном выборе обжатий.

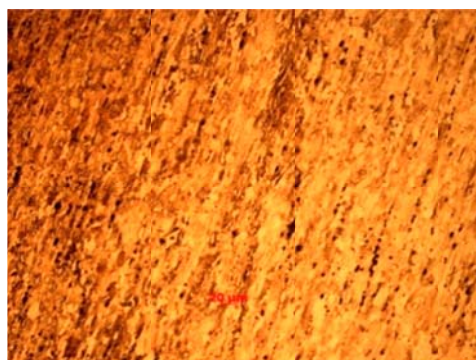
Кроме того, при волочении сплошность может нарушаться в результате создания сложной схемы напряженного состояния с преобладанием растягивающих напряжений в местах присутствия дефектов типа частиц оксидов, что показано в работах [6, 7].



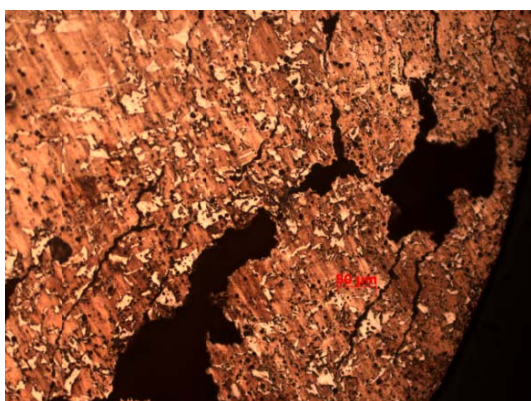
поперечное сечение



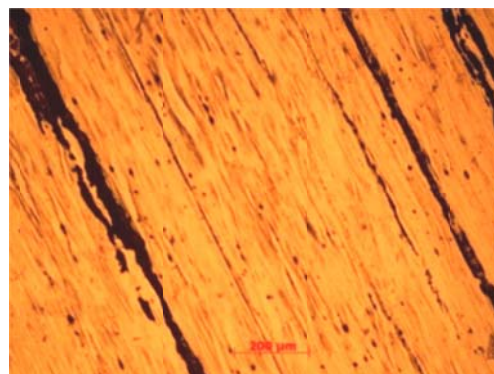
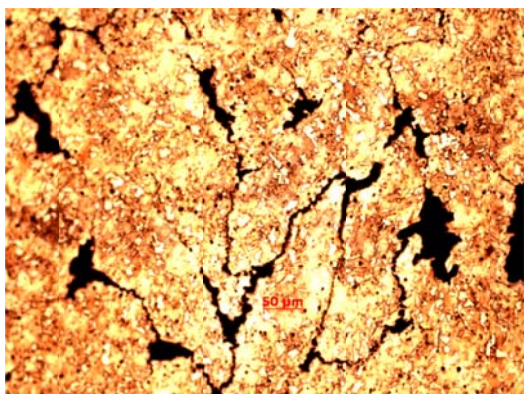
продольное сечение



*a*



*б*



*в*

Рис. Характерная микроструктура ( $\times 200$ ) исходных кусочных проволочных фрагментов (*a*) и проволоки  $\varnothing 2,2$  мм, полученной из них без проведения промежуточного отжига (*б*) и с отжигом на  $\varnothing 4$  мм (*в*)

Таким образом, принципиально получить длинномерную медную проволоку из ее отдельных кусочных фрагментов, представляющих собой отходы производства, используя только методы обработки давлением, особых сложностей не представляет. На всех стадиях ее изготовления, включающих этапы горячего брикетирования (прессования), горячей экструзии, холодного волочения и промежуточной термообработки, поведение материала носит предсказуемый характер, во многом схожий с поведением соответствующих полуфабрикатов из компактной меди.

Комбинируя величиной суммарного относительного обжатия при волочении и местом проведения промежуточного рекристаллизационного отжига, можно варьировать уровнем достигаемых у получаемой проволоки прочностных характеристик.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Загиров Н. Н. Технологические основы получения материалов и изделий из сыпучих стружковых отходов меди и ее сплавов методами обработки давлением / Н. Н. Загиров, Ю. Н. Логинов. Красноярск : Сиб. федер. ун-т, 2015. 171 с.
2. Deformations and structure of metal during cold butt-seam welding of copper blanks / Y. N. Loginov [et al.] // Russian Journal of Non-Ferrous Metals. 2012. V. 53. Iss. 1. P. 45–53.
3. Логинов Ю. Н. Исследование изменения относительного сужения кислородсодержащей медной проволоки по маршруту волочения / Ю. Н. Логинов, А. С. Осминин, Т. П. Копылова // Заготовительные производства в машиностроении. 2012. № 5. С. 29–32.
4. Логинов Ю. Н. Формоизменение одиночно расположенной поры в круглой заготовке при волочении / Ю. Н. Логинов, К. В. Еремеева // Кузнечно-штамповочное производство. Обработка материалов давлением. 2009. № 4. С. 3–8.
5. Логинов Ю. Н. Влияние типа пластической деформации на видоизменение одиночной поры / Ю. Н. Логинов, К. В. Еремеева // Деформация и разрушение материалов. 2011. № 4. С. 40–44.
6. Interaction of a copper oxide particle with copper in drawing / Y. N. Loginov [et al.] // Russian Metallurgy (Metally). 2012. V. 11. P. 947–953.
7. Garcia V. G. Role of Cu<sub>2</sub>O during hot compression of 99.9% pure copper / V. G. Garcia, J. M. Cabrera, J. M. Prado // Materials Science and Engineering A. 2008. V. 488. P. 92–101.

**А. Е. Первухин\***

АО «Екатеринбургский завод ОЦМ», г. Верхняя Пышма

\* alex\_pervukhin@hotmail.com

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук Ю. Н. Логинов

## ПЛАСТИЧЕСКИЕ ДЕФОРМАЦИИ ПРИ СКАЛЬПИРОВАНИИ СЕРЕБРЯНОЙ ПРОВОЛОКИ

Выполнены измерения микротвердости скальпированной проволоки из серебра. Показана интенсивность прироста микротвердости по мере съема слоев, что говорит о проникновении пластической деформации в приповерхностные слои заготовки. Сделан прогноз о возможном снижении температуры начала рекристаллизации для этих слоев металла.

*Ключевые слова:* серебро, проволока, дефекты, скальпирование, пластическая деформация.

**A. E. Pervukhin**

## PLASTIC DEFORMATIONS IN THE SILVER WIRE SCALPING

The microhardness of scalped silver wire is measured. The intensity of the microhardness increment is shown as the layers are removed, which indicates the penetration of plastic deformation into the near-surface layers of the billet. A prognosis is made about a possible decrease in the temperature of the onset of recrystallization for these metal layers.

*Keywords:* silver, wire, defects, scalping, plastic deformation.

Для удаления поверхностных дефектов в некоторых случаях применяется метод скальпирования поверхности круглого сортового проката или проволоки, обычно круглого поперечного сечения [1].

Дефекты в виде налипаний особенно часто образуются в производстве проволоки из цветных и благородных металлов из-за их повышенной адгезии к инструменту [2, 3]. Для меди и ее сплавов характерно ухудшение поверхности из-за проявлений водородной болезни [4]. В статье [5] показано, что даже при малом количестве оборотов валка прокатного стана, на его поверхности быстро возникает слой налипшего благородного металла.

Особенно значим эффект удаления поверхностных дефектов в производстве проволоки из дорогих материалов, к которым, несомненно, относятся благородные металлы и сплавы [6]. Анализ явлений, сопровождающих процесс скальпирования, находится на стыке металлургии, материаловедения, механики обработки давлением и

обработки резанием, поэтому трудно найти научные работы, описывающие процесс во всей его полноте. Целью работы является описание последствий скальпирования в производстве проволоки из благородных металлов.

Для исследования отобрана проволока из серебра марки Ср 99,99 по ГОСТ 7222–2014 диаметром 5,3 мм перед операцией скальпирования и после проведения этой операции. На рис. 1 представлено фото электронной микроскопии, выполненное при одинаковом увеличении, поверхности проволоки до скальпирования (а) и после скальпирования (б)

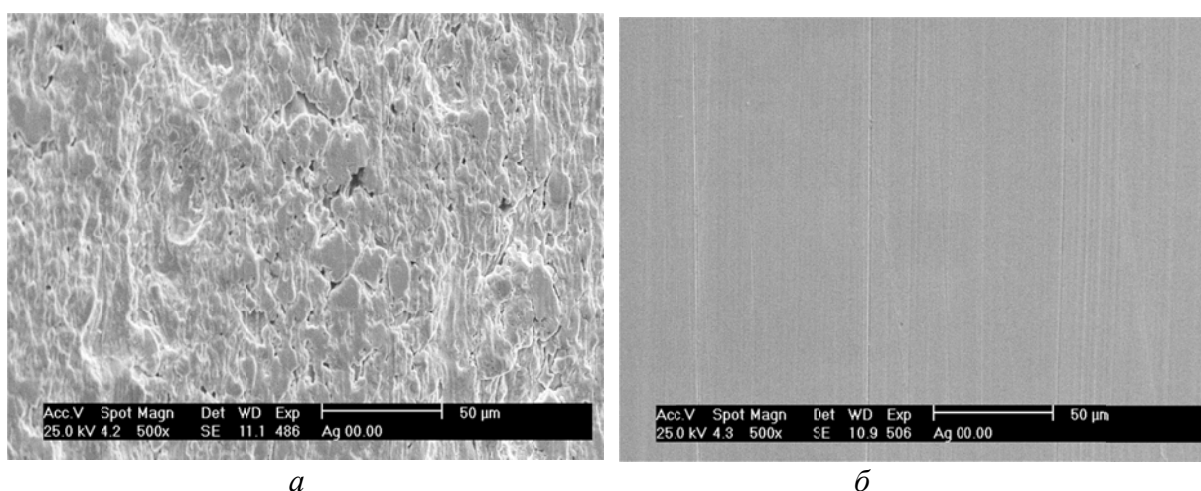


Рис. 1. Фото электронной микроскопии поверхности проволоки из серебра марки Ср 99,99 до скальпирования (а) и после скальпирования (б)

Из сравнения изображений видно, что качество поверхности после скальпирования резко улучшилось. Далее будут рассмотрены иные последствия применения этой операции. Для скальпирования в режиме протягивания заготовки применяется инструмент, размещающийся в волокодержателе волочильного стана. Заготовка 1 (рис. 1) перемещается тянущим устройством стана через отверстие скальпирующей волоки 2, более узкое чем поперечный размер заготовки, в результате чего режущей кромкой волоки срезается тонкий слой металла 3. Основным параметр скальпирующей волоки – угол наклона острой кромки  $\gamma$ , который отсчитывается от нормали к оси волочения.

В теории резания угол острой кромки  $\gamma$  соответствует понятию переднего угла резца. Основное количество работ, связывающих пластическую деформацию металла в процессе резки с конфигурацией инструмента и свойствами обрабатываемого металла посвящено оценке степени деформации, сообщенной стружке. Это объясняется тем, что пластическая деформация позволяет изменить свойства в месте резания и перевести металл в охрупченное состояние, в результате удастся изменить конфигурацию стружки от витой до сыпучей, что предпочтительнее.

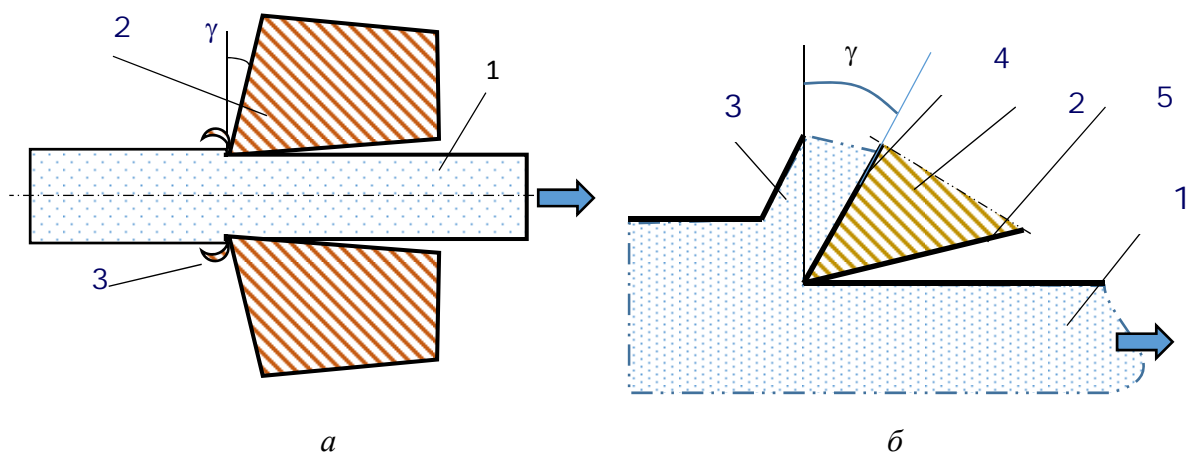


Рис. 2. Схема скальпирования прутковой заготовки (а) и увеличенное изображение места съема стружки (б): 1 – заготовка; 2 – скальпирующая волока; 3 – стружка, 4 и 5 – передняя и задняя кромки резца соответственно, стрелка показывает направление перемещения заготовки

Для оценки степени нагартованности поверхностного слоя выполнен опыт по скальпированию проволоки из серебра марки Ср 99,99 при ее обработке с уменьшением диаметра по маршруту (мм): 6,40–6,32–6,12–5,47.



Рис. 3. Микротвердость поверхности серебряной проволоки по проходам скальпирования

Угол острой кромки скальпирующей волоки составил  $+ 10^\circ$ . По проходам глубина скальпирования составила соответственно 40, 100 и 325 мкм. После каждого прохода измеряли микротвердость по Виккерсу. По результатам трех измерений рассчитывали среднюю величину и получили диаграмму, приведенную на рис. 3.

Учет повышенной степени деформации, накопленной заготовкой в результате скальпирования, мог бы объяснить явление нестабильной прочности полуфабрикатов из чистых металлов, которые получают



методом волочения. Как известно, температура начала рекристаллизации зависит от степени накопленной деформации и от степени чистоты металла. Для некоторых металлов, например, золота с содержанием чистого металла на уровне 99,99 % или 99,999 % температура рекристаллизации может снизиться до комнатной при накоплении значительной пластической деформации, что подтверждается заводской практикой. Это делает невозможным применение изделий, если требуется их повышенная прочность и жесткость. В результате вынужденно прибегают к микролегированию, т. е. по существу искусственному загрязнению чистого металла кальцием или палладием. Это решает вопрос с повышением температуры начала рекристаллизации. Но такой прием приводит к ухудшению эксплуатационных свойств, например, такой характеристики, как электропроводность.

## ЛИТЕРАТУРА

1. О зачистке поверхности катаной заготовки / В. Ф. Даненко [и др.] // Научные труды SWorld. 2014. Т. 10. № 1. С. 57–62.
2. Логинов Ю. Н. Модель деформации поверхностного слоя заготовки, пораженного дефектами / Ю. Н. Логинов // Кузнечно-штамповочное производство. Обработка материалов давлением. 2001. № 4. С. 36–40.
3. Логинов Ю. Н. Механизм образования дефектов на полосе при прокатке от налипания на валке / Ю. Н. Логинов, Ю. В. Инатович // Производство проката. 2008. № 8. С. 5–7.
4. Evolution of defects in the production of capillary copper tubes / Y. N. Loginov [et al.] // Journal of Materials Processing Technology. 2015. V. 224. P. 80–88.
5. Логинов Ю. Н. Изучение трения при листовой прокатке платины и ее сплавов / Ю. Н. Логинов, Г. И. Студенок // Производство проката. 2010. № 7. С. 14–16.
6. A numerical approach on the inclusion effects in ultrafine gold wire drawing process / Seoung-Bum Son [et al.] // Engineering Failure Analysis. 2011. V. 18. P. 1272–1278.

**А. А. Калинин\*, П. С. Кусакин**

Белгородский государственный национальный исследовательский университет,  
г. Белгород

\*lexs4@mail.ru

Научный руководитель – проф., д-р физ.-мат. наук А. Н. Беляков

## ВЛИЯНИЕ СКОРОСТИ ДЕФОРМАЦИИ НА МИКРОСТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА TWIP-СТАЛЕЙ

Изучены микроструктура и механические свойства высокомарганцевых аустенитных сталей Fe–17.5Mn–0.3C–1.5Al и Fe–18Mn–0.4C при растяжении в интервале скоростей деформации  $10^{-5}$ – $10^{-1}$  с<sup>-1</sup>. Было установлено, что увеличение скорости деформации от  $10^{-5}$  с<sup>-1</sup> до  $10^{-1}$  с<sup>-1</sup> приводит к увеличению предела текучести и уменьшению предела прочности и относительного удлинения в обеих сталях. В микроструктуре обеих сталей при малых скоростях деформации ( $10^{-5}$  с<sup>-1</sup>) процесс двойникования протекает последовательно с образованием двойников сначала одной системы двойникования, затем других. Дальнейшее увеличение скорости деформации приводит к одновременному образованию двойников различных систем двойникования, разбивающих микроструктуру на отдельные кристаллиты в форме параллелограммов.

*Ключевые слова:* аустенитные высокомарганцевые стали; пластичность, наведенная двойникованием; деформационное упрочнение; скорость деформации; TWIP.

**A.A. Kalinenko, P.S. Kusakin**

## EFFECT OF STRAIN RATE ON THE MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF TWIP-STEELS

The microstructure and mechanical properties of high-manganese austenitic steels Fe–17.5Mn–0.3C–1.5Al and Fe–18Mn–0.4C in the strain rate range of  $10^{-5}$ – $10^{-1}$  s<sup>-1</sup> were studied. It was found that an increase in the strain rate from  $10^{-5}$  s<sup>-1</sup> to  $10^{-1}$  s<sup>-1</sup> leads to an increase in the yield strength and a decrease in the tensile strength and elongation in both steels. The microstructure evolution of both steels at low strain rates ( $10^{-5}$  s<sup>-1</sup>) can be described as sequential formation of twins of different twinning systems. A further increase in the tensile strain rate leads to the simultaneous formation of twins of various twinning systems that separates the microstructure into individual parallelogram-like crystallites.

*Keywords:* austenitic high-manganese steels, twinning induced plasticity, strain hardening, strain rate, TWIP.

Развитие современных сталей с высокой прочностью, хорошей пластичностью, вязкостью и способностью к глубокой вытяжке необходимо для производства современных автомобилей с пониженным весом и повышенной прочностью кузова, а также сложными формами, которые соответствуют последним модным тенденциям в их дизайне. В настоящее время в категории перспективных высокопрочных автомобильных сталей рассматриваются высокомарганцевые аустенитные TWIP-стали (Twinning Induced Plasticity – пластичность, наведённая двойникованием), т. е. основным механизмом её деформации является двойникование. Эти стали имеют высокую пластичность (до 100 %) и удовлетворительный предел текучести [1].

В качестве материала исследования были выбраны две высокомарганцевые стали аустенитного класса следующего химического состава (в вес. %): Fe–17.7Mn–0.328C–1.5Al–0.01Si–0.06Cr–0.006S–0.02P и Fe–17.4Mn–0.44C–0.01Al–0.33Si–0.09Cr–0.003S–0.02P. Данные стали в исходном состоянии были подвергнуты горячей прокатке при температуре 1150 °C и последующему отжигу при температуре 1150 °C в течение часа. Микроструктурные исследования были проведены с помощью просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ) JEOL JEM 2100 при ускоряющем напряжении в 200 кВ. Фольги для ПЭМ были вырезаны из рабочей части образцов для растяжения. Испытания на растяжение пропорциональных плоских образцов в диапазоне скоростей деформации  $10^{-5}$ – $10^{-1}$  с<sup>-1</sup> проводили на универсальной машине Instron 5882 при температуре 20 °C [2].

Испытания на растяжение показывают, что сталь Fe–17.5Mn–0.3C–1.5Al (рис. 1, а) при скорости деформации  $10^{-5}$  с<sup>-1</sup> демонстрирует предел текучести, равный 235 МПа. Значения временного сопротивления и относительного удлинения составляют 750 МПа и ~100 % соответственно. При скорости деформации  $10^{-3}$  с<sup>-1</sup> предел текучести равен 220 МПа. Значение временного сопротивления и относительного удлинения составляют 720 МПа и ~90 % соответственно. При увеличении скорости деформации до  $10^{-1}$  с<sup>-1</sup> значение предела текучести повышается до 250 МПа. Временное сопротивление падает до 630 МПа при относительном удлинении, равном 73 %.

В стали Fe–18Mn–0.4C (рис. 1, б) при скорости деформации, равной  $10^{-5}$  с<sup>-1</sup> предел текучести и временное сопротивление составляют 300 МПа и 1030 МПа, соответственно, при относительном удлинении до разрушения 87 %. Увеличение скорости деформации до  $10^{-3}$  с<sup>-1</sup> приводит к снижению предела текучести и временного сопротивления до 280 МПа и 920 МПа. Относительное удлинение до разрушения также снижается до 75 %. При дальнейшем увеличении скорости деформации до  $10^{-1}$  с<sup>-1</sup> происходит повышение предела текучести и временного сопротивления до 315 МПа и 830 МПа соответственно, с понижением относительного



удлинения до 63 %. Следует отметить, что в данной стали при скоростях деформации  $10^{-5} \text{ с}^{-1}$  и  $10^{-3} \text{ с}^{-1}$  появляются осцилляции на кривых течения.

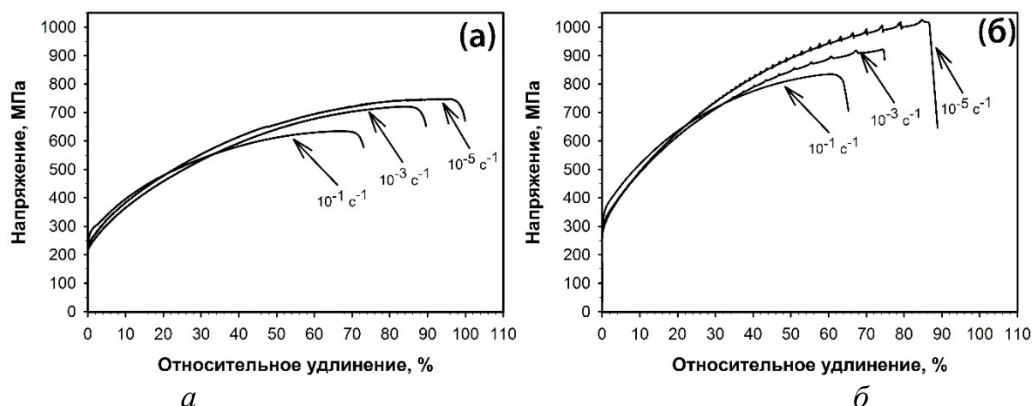


Рис. 1. Кривые течения сталей Fe-17.5Mn-0.3C-1.5Al (а) и Fe-18Mn-0.4C (б) при различных скоростях деформации

Данная сталь демонстрирует более высокие прочностные характеристики при различных скоростях деформации по сравнению со сталью Fe-17.5Mn-0.3C-1.5Al. Предел текучести и временное сопротивление больше на ~50 МПа и ~300 МПа. Однако, относительное удлинение меньше, чем у стали Fe-17.5Mn-0.3C-1.5Al. Основной причиной разницы в величине механических свойств является более высокое содержание углерода в стали Fe-18Mn-0.4C и, соответственно, более высокое твердорастворное упрочнение [3].

На рис. 2 представлена тонкая структура сталей Fe-17.5Mn-0.3C-1.5Al и Fe-18Mn-0.4C после испытаний на растяжение при скорости деформации, равной  $10^{-5} \text{ с}^{-1}$ . При данной скорости деформации в зернах происходит последовательное образование деформационных двойников сначала одной системы двойникования, потом других (рис. 2, а, б). Толщина отдельных двойников составляет 12–25 нм для стали Fe-17.5Mn-0.3C-1.5Al (рис. 2, а) и 30–50 нм для стали Fe-18Mn-0.4C (рис. 2, б).

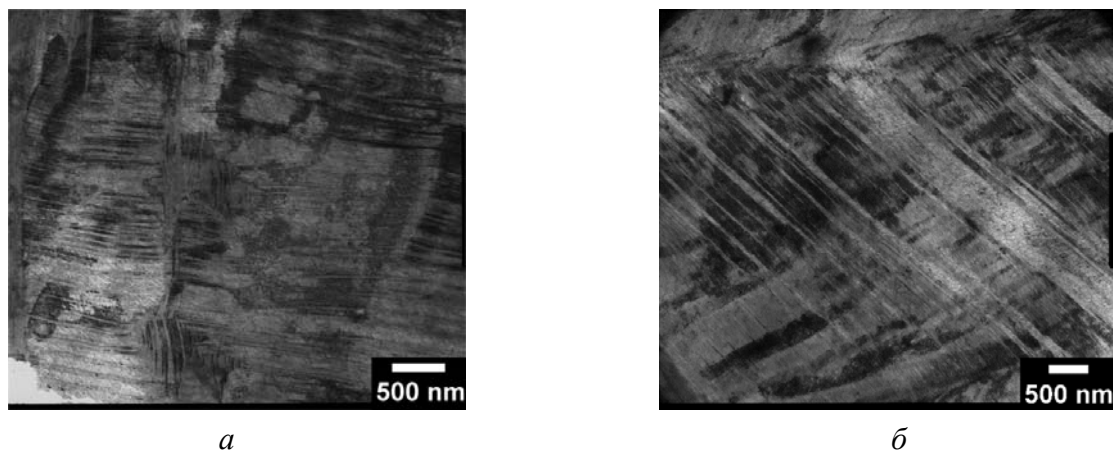


Рис. 2. Микроструктура сталей после испытаний на растяжение при скорости деформации  $10^{-5} \text{ с}^{-1}$ : (а) Fe-17.5Mn-0.3C-1.5Al, (б) Fe-18Mn-0.4C

Дальнейшее увеличение скорости деформации до  $10^{-3} \text{ с}^{-1}$  приводит к активации других систем двойникования (рис. 3, а, б). В сталях Fe–17.5Mn–0.3C–1.5Al и Fe–18Mn–0.4C ширина двойников практически не изменяется и составляет 20–50 нм. Множественное двойникование приводит к разбиению микроструктуры на отдельные кристаллиты в форме параллелограммов.

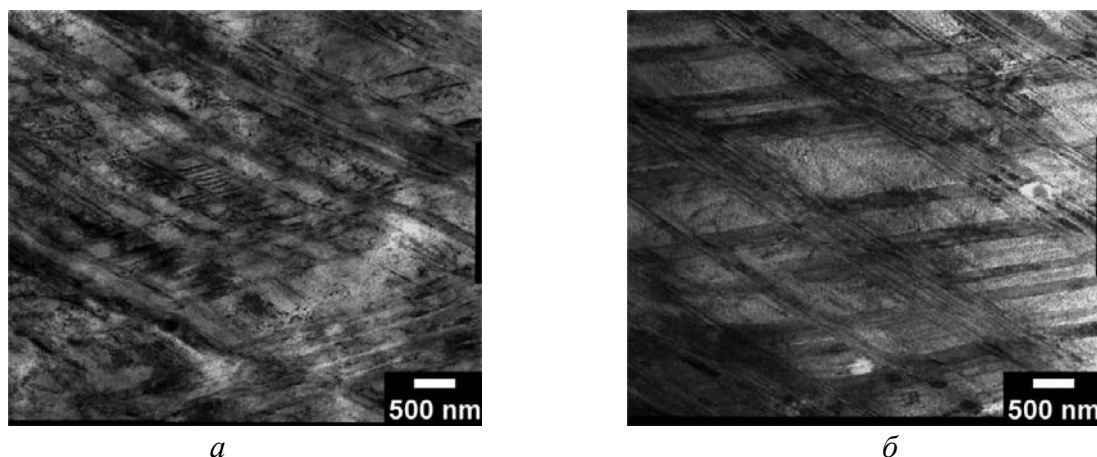


Рис. 3. Микроструктура сталей после испытаний на растяжение при скорости деформации  $10^{-3} \text{ с}^{-1}$ : (а) Fe–17.5Mn–0.3C–1.5Al, (б) Fe–18Mn–0.4C

Максимальная скорость деформации, равная  $10^{-1} \text{ с}^{-1}$ , приводит к практически одновременному образованию двойников различных систем двойникования. Эта тенденция находит отражение в изменении скорости деформационного упрочнения. За счет одновременного образования двойников различных систем двойникования быстрее исчерпывается способность к деформационному двойникованию, что выражается в падении скорости деформационного упрочнения. Множественное деформационное двойникование приводит к разбиению микроструктуры на кристаллиты в форме параллелограммов (рис. 4, а, б).

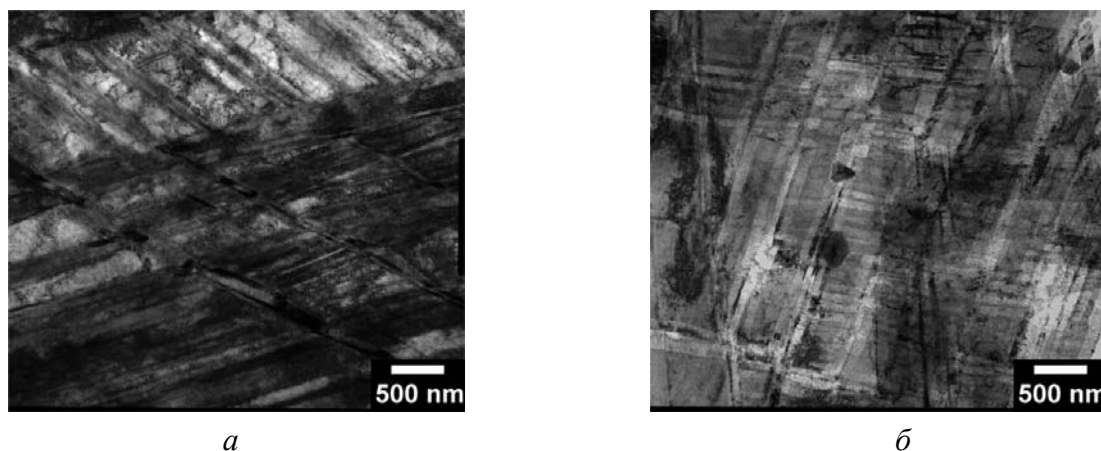


Рис. 4. Микроструктура сталей после испытаний на растяжение при скорости деформации  $10^{-1} \text{ с}^{-1}$ : (а) Fe–17.5Mn–0.3C–1.5Al, (б) Fe–18Mn–0.4C

Таким образом, увеличение скорости деформации приводит к повышению предела текучести и снижению временного сопротивления и относительного удлинения у исследуемых сталей. При малых скоростях деформации ( $10^{-5} \text{ с}^{-1}$ ) в микроструктуре обеих сталей процесс двойникования протекает последовательно с образованием двойников сначала одной системы двойникования, затем других. Дальнейшее увеличение скорости деформации приводит к одновременному образованию двойников различных систем двойникования, приводящие к разбиению микроструктуры на отдельные кристаллиты в форме параллелограммов.

*Работа выполнена при финансовой поддержке Минобрнауки России (Соглашение № 14.575.21.0134 Уникальный идентификатор проекта RFMEFI57517X0134).*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. De Cooman B. C. High Mn TWIP Steels for Automotive Applications (Edited by Marcello Chiaberge) / B. C. De Cooman. Vehicle Engineering. 2011. 28 p.
2. ГОСТ 1497–84. Государственный стандарт союза ССР, Металлы. Методы испытаний на растяжение. (ИСО 6892–84, СТ СЭВ 471–88). ИПК издательство стандартов, Москва.
3. On the effect of chemical composition on yield strength of TWIP steels / P. Kusakin [et al.] // Mater. Sci. Eng. A. 2017. V. 687. P. 82–84.

УДК 621.762

**М. М. Шабает\***

Оренбургский государственный университет, г. Оренбург

\* *juzt@inbox.ru*

Научный руководитель – доцент, канд. техн. наук К. В. Марусич

## ОБЗОР СПОСОБОВ УПРОЧНЕНИЯ ВОЛОК ДЛЯ ПРОВОЛОЧНЫХ СТАНОВ

В данной работе приведен обзор запатентованных способов упрочнения волок для проволочных станов.

*Ключевые слова:* твердые сплавы, фильеры, износостойкость.

**М. М. Shabaev**

## REVIEW OF METHODS FOR FIBERING WAVES FOR WIRE BARS

In this paper, an overview of the patented methods of fiber strengthening for wire mills is given.

*Keywords:* hard alloys, dies and wear resistance.

Повышение эффективности изготовления проволоки на волочильных станах требует повышения износостойкости волок. Это может достигаться путем применения более твердых материалов и методов улучшения их поверхности [1]. На однократных волочильных станах производят толстую проволоку различного профиля и круглого сечения, диаметром от 25 до 40 мм.

Основные этапы работы проволочного волочильного стана:

I этап: проволока из бухты очищается от ржавчины с помощью щеток;

II этап: проволока проходит через специальный резервуар, где покрывается смазывающим материалом;

III этап: проволока протягивается через волоки.

Проволока на волочильном стане протягивается с помощью приводного барабана, на который наматывается. Она протягивается через волоку, предварительно пройдя смазывание. Материал волоки, проволочной и обмазочной втулки должен иметь высокую износостойкость. Особенно это относится к обмазочной втулке, так как здесь трение происходит в абразивной среде.

На рис. представлена конструкция волоки. Конус волочения и цилиндрическая направляющая нагружаются непосредственно при волочении и изнашиваются вследствие трения и давления. Входной и

выходной конусы не подвергаются давлению волочения и, следовательно, как правило, не изнашиваются и не претерпевают изменений.

В табл. приведены основные размеры заготовок твердосплавных волок для волочения проволоки прутков круглого сечения.

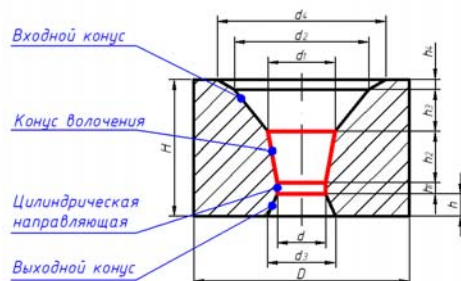


Рис. Конструкция волокна

Таблица

Размеры (мм) заготовок твердосплавных волок для волочения проволоки прутков круглого сечения

Номер формы	D	И	d	Марка твердого сплава
1	6; S	4; 5		
2	6; S	4; 5	0.1; 0.2; 0.4	ВКЗ. ВКЗ-М
3	6; S	4; 5	0.1; 0.2; 0.4	ВКЗ. ВКЗ-М
4	S	5	0.6; 0.8; 1.0; 1.3	ВКЗ. ВКЗ-М
5	S.5	7	0.2; 0.4; 0.6; 0.8; 1.0; 1.3; 1.5	ВКЗ. ВКЗ-М. ВК4
6	11	10	0.5; 0.8; 1.3; 1.5; 2.3	ВКЗ. ВКЗ-М. ВК4
7	13	10	0.3; 0.5	ВКЗ. ВКЗ-М. ВК4
8	16	14	0.8; 1.3; 1.5; 1.8; 2.0; 2.3; 2.5; 2.8; 3.2	ВКЗ-М. ВК4. ВК6.
9	16	14	3.4; 3.8	
10	22	1S	0.8; 1.0; 1.3; 1.5; 1.8; 2.0; 2.3; 2.5; 2.8	ВКЗ-М. ВК4. ВК6.
11	22	1S	3.0; 3.3; 3.5; 3.8; 4.2; 4.7	
12	30	20	1.5; 1.8; 2.3; 2.7; 3.2; 3.8; 4.0; 4.2; 4.5	ВКЗ-М. ВК4. ВК6.
13	30	21	4.7; 5.2; 5.5; 5.7; 6.2	
14	34	24	2.3; 2.8; 3.2; 3.5; 3.8; 4.2; 4.5; 4.7; 5.2	ВКЗ-М. ВК4. ВК6.
15	35	25	5.4; 5.7; 6.2	
16	50	28	4.2; 4.7; 5.2; 5.4; 5.7; 6.0; 6.2; 6.7; 7.0	ВКЗ-М. ВК4. ВК6.
17	50	28	7.7; 8.0; 8.6; 9.0; 9.6; 10.0; 10.5; 11.5	
18	60	34	12.5	ВКЗ-М. ВК4. ВК6.
19	75	34	5.7; 6.2; 6.7; 7.0; 1.7; 8.6; 9.6; 10.5; 11.5; 12.5	
20	90	34	9.6; 10.5; 11.5; 12.5; 13.5; 14.5; 15.5; 16.5	ВКЗ-М. ВК4. ВК6.
		28	14.5; 15.0; 15.5	
		28	14.5; 15.5; 16.5; 17.5; 18.0; 18.5; 19.5	ВК4. ВК6. ВК6-М
		28	20.5; 21.5; 22.5; 23.5; 24.5; 25.5	ВК4, ВК6, ВК6-М.
		28	14.5; 15.5; 16.5; 17.5; 18.0; 18.5; 19.5	
		28	21.5; 23.5; 24.5	
		34	24.5; 25.5; 26.5; 27.5; 28.5; 29.5; 30.5	
		34	31.5; 32.5; 34.5	
		34	33.5; 34.5; 35.5; 36.5; 37.5; 38.5; 39.5	ВК8, ВК10
		34	40.5; 41.5; 42.5; 43.5	
		34	44.5; 45.5; 46.5; 47.5; 48.5; 49.5; 52.5	
		34	54.5	

Так как волочение имеет достаточные масштабы производства, поэтому возникает потребность в увеличении качества и производительности волок. Для этого применяются разнообразные способы упрочнения материала волоки. В данной работе рассмотрены некоторые запатентованные способы, которые можно разделить на 4 группы:

- Упрочнение твердых сплавов термообработкой [2, 3]. Способ закалки твердого сплава на основе карбида вольфрама, включающий нагрев сплава до температуры выше 1100 °С и охлаждение в закалочной среде. В качестве закалочной среды используют 8–12 %-ный водный раствор натрий-железосодержащей соли полиакриловой кислоты. Изобретение относится к области металлургии, в частности к упрочняющей комплексной термической обработке и напылению керамических материалов на режущий инструмент.

- Упрочнение твердых сплавов механической и термомеханической обработкой [4]. Способ упрочнения твердосплавного инструмента, включающий шлифование рабочих поверхностей твердосплавного инструмента и последующее нанесение на них вакуумно-плазменным методом износостойкого покрытия. Шлифование ведут в два этапа: сначала алмазным кругом, затем алмазным кругом, предварительно шаржированным твердыми частицами, адгезионно-активными к материалу покрытия, например частицами карбида вольфрама средней тонкости, износостойкое покрытие формируют из слоев нитридов титана и хрома.

- Упрочнение твердых сплавов воздействием высокоэнергетических источников [5]. Способ упрочнения твердосплавного инструмента преимущественно групп ВК и ТК, включающий облучение рабочих поверхностей инструмента импульсным сильноточным пучком заряженных частиц. Облучение проводят импульсами сильноточного электронного пучка длительностью 2–3 мкс, с энергией электронов 10–30 кэВ, плотностью энергии 0,8–5 Дж/см<sup>2</sup> и числом импульсов в серии 5–10.

- Упрочнение твердых сплавов воздействием ультразвука [6]. Способ ультразвуковой обработки изделий из твердых сплавов, включающий воздействие акустических колебаний на изделия. Для повышения износостойкости изделия подвергают воздействию непериодических акустических колебаний. Преимущества способа: повышение предела прочности при изгибе до 18 %, повышение износостойкости изделий из твердого сплава от 1,5 до 2 раз.

В дальнейшем в рамках магистерской диссертации «Повышение износостойкости твердосплавных волок для проволочных волочильных станков» планируется провести сравнительный анализ данных методов и разработать рекомендации по повешению износостойкости твердосплавных волок.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Бондаренко В. А. Обеспечение качества и улучшения характеристик режущих инструментов: учебник / В. А. Бондаренко, С. И. Богодухов. Москва : Машиностроение, 2000. 144 с.
2. Пат. 2355513 Российская Федерация, МПК В 22 F3/24, С 22 С 29/08. Способ закалки твердого сплава на основе карбида вольфрама / Т. Н. Осколкова, А. Б. Щеглова; Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования «Сибирский государственный индустриальный университет». № 2007133961/02; заявл. 11.09.2007; опубл. 20.05.2009, Бюл. № 15. 3 с.
3. Пат. 2398046 Российская Федерация, МПК С 23 С 14/48, С 23 С 14/32. Способ поверхностного упрочнения вольфрамокобальтового твердосплавного инструмента / Т. Н. Осколкова, Е. А. Будовских ; заявители и патентообладатели Т. Н. Осколкова, Е. А. Будовских № 2009132441/02; заявл. 27.08.2009 ; опубл. 27.08.2010, Бюл. № 24. 3 с.
4. Пат. 2338798 Российская Федерация, МПК С 21 D9/22, С 21 D1/09. Способ электронно-пучкового упрочнения твердосплавного инструмента или изделия / В. Е. Овчаренко, С. Г. Псахье, Н. Н. Коваль; заявитель и патентообладатель Институт физики прочности и материаловедения Сибирское отделение Российской Академии Наук (ИФПМ СО РАН). № 2007107259/02 ; заявл. 26.02.2007 ; опубл. 20.11.2008, Бюл. № 33. 4 с.
5. Пат. 2220819 Российская Федерация, МПК В 22 F3/24. Способ обработки изделий из твердых сплавов на основе монокарбида вольфрама / А. Б. Коршунов, Ю. Н. Жуков, И. В. Голубцов и др. ; заявитель и патентообладатель Федеральное государственное унитарное предприятие Научно-исследовательский институт приборов Министерства по атомной энергии Российской Федерации, А. Б. Коршунов, Ю. Н. Жуков, И. В. Голубцов и др. № 2002108575/02; заявл. 04.04.2002; опубл. 10.01.2004, Бюл. № 1. 4 с.
6. Пат. 1220229 Российская Федерация, МПК В 22 F3/24. Способ ультразвуковой обработки изделий из твердых сплавов / И. И. Сальников, И. Ф. Демченко, В. Н. Михайлов и др. ; заявитель и патентообладатель Белгородский филиал Всесоюзного проектно-конструкторского технологического института атомного машиностроения и котлостроения. № 3717506/02 ; заявл. 27.03.1984 ; опубл. 27.10.1996, Бюл. № 30. 3 с.

***А. Тёммес\*, И. В. Иванов, Р. И. Кузьмин***

Новосибирский государственный технический университет, г. Новосибирск

\* *thoemmes.alexander@gmail.com*

Научный руководитель – доцент, канд. техн. наук *И. А. Батаев*

### **ВЛИЯНИЕ СОДЕРЖАНИЯ НИОБИЯ НА МИКРОСТРУКТУРУ И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА СПЛАВОВ Ti–Nb ДЛЯ ПРИМЕНЕНИЯ В МЕДИЦИНЕ**

В работе были систематически исследованы двухкомпонентные сплавы системы Ti–Nb. Количество Nb, используемого в качестве легирующего элемента, варьировалось от 0 до 37 вес. %. Все сплавы были сформированы методом дугового переплава в инертной атмосфере аргона. Полученные результаты свидетельствуют о том, что при содержании легирующего элемента более 37 вес. % в сплавах формируется  $\beta$ -фаза. Максимальная твердость ( $393 \pm 10$  HV0.05) была достигнута в сплаве, содержащем 24 вес. % Nb после отжига.

*Ключевые слова:* биоматериалы, титановые сплавы, микроструктура.

***A. Thoemmes, I. V. Ivanov, R. I. Kuzmin***

### **THE INFLUENCE OF NB CONTENT ON MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF Ti–Nb ALLOYS FOR BIOMEDICINE**

The effect of Nb content on microstructure and mechanical properties of binary Ti–Nb alloys has been studied. The alloying content of Nb varied from 10 wt % to 37 wt %. All alloys were produced by arc melting in inert argon atmosphere followed by annealing and quenching. The results indicate that a stable  $\beta$ -phase was formed above an alloying content of 37 wt %.

*Keywords:* Ti–Nb alloy, metallic biomaterial, microstructure.

Ti and its alloys are widely utilized as biomaterial because of their good biocompatibility, high mechanical properties and enhanced corrosion resistance. The main issue of Ti based biomaterials are low shear strength and a relatively high Young's modulus [1, 2]. A significant surge in the use of Ti and its alloys started in the early 1950's. Since that time Ti–Alloys are exploited as materials for biomedical applications. The most widely used Ti–Alloy in medicine is Ti–6Al–4V [3]. Besides Ti–6Al–4V stainless steel or Cr–Co alloys are in service [4]. All above mentioned materials have relatively high Young's moduli in common. The Young's modulus of a human bone is in the range 4–40 GPa, whereas the modulus of Ti–6Al–4V is around 110 GPa [5]. Stainless steels and Cr–Co alloys possess the modulus above 200 GPa. The big difference in



Young's modulus between a medical implant and a human bone causes an effect called stress shielding, which leads to subsequent loosening of the implants [6]. One possibility to avoid stress shielding effect is the use of metallic alloys with lower Young's modulus. Another drawback of the aforementioned alloys is their low biocompatibility. Alloying elements such as chromium, nickel or cobalt can be the reason for allergies which leads to rejection of the implant. Aluminium can be the reason for Alzheimer's or Parkinson's diseases whereas vanadium is known as rather toxic element for human body [7]. The purpose of this study is to investigate the effect of Nb content on the microstructure, phase composition and some mechanical properties of binary Ti–Nb alloys, which are currently considered to be promising candidates to replace currently used alloys due to their low Young's modulus and perfect biocompatibility.

The ingots made of commercially pure (c.p.) Ti and binary Ti–Nb alloys with a Nb content between 0 wt. % and 37 wt. % (hereafter wt. % will refer to as %) were prepared in an BUHLER arc furnace. Prior to melting the furnace was evacuated and flushed with argon three times. An argon pressure of 800 mPa was maintained throughout melting. For melting a water-cooled copper hearth and a non-consumable tungsten electrode were used. Considering the big difference in melting temperature (Ti: 1941 K; Nb 2750 K) and density (Ti: 4,5 g/cm<sup>3</sup>; Nb: 8,57 g/cm<sup>3</sup>) between the initial materials and the relatively broad two-phase field in the Ti–Nb phase diagram the samples were melted 16 times and flipped after every second melt. Prior to each melting procedure a c.p. Ti ingot was melted as an oxygen getter. This was done due to the relatively high reactivity of Ti and Nb with oxygen at elevated temperatures. The initial materials and as-melted button shaped samples were weighted to observe the possible weight loss during the melting. All ingots were homogenized in vacuum at 1000 °C for 24 h to eliminate the as-cast microscopic segregations and then cooled in the furnace to room temperature. The homogenized ingots were subjected to a solution treatment at 1000 °C, which is above the  $\beta$  transus temperature, for 0.5 h followed by a rapid quenching in oil. After the quenching the ingots were cut into several pieces, which were embedded into epoxy resin. The samples were mechanically ground using SiC paper up to grade 1000, followed by pre-polishing with Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> powder. Final polishing was conducted using colloidal SiO<sub>2</sub>. The samples were etched using a Kroll's solution consisting of 2 vol. % HF, 6 vol. % HNO<sub>3</sub> and 92 vol. % distilled water. Microstructures of the samples were observed by optical microscopy (OM) using a Carl Zeiss AxioObserver Z1m microscope and scanning electron microscope (SEM) using a Carl Zeiss EVO 50 microscope. The elemental composition was checked by energy dispersive X-ray spectroscopy (EDX) Oxford Instruments X-Act coupled with SEM. The Vickers hardness test was used to evaluate the mechanical properties. At least 30 measurements with a load of 50 g and a dwell time of 10 s were done with a WOLPERT Group 402 MVD Vickers hardness tester to achieve a significant average. X-ray diffraction

analysis was implemented using an ARL X'TRA diffractometer using Cu  $\alpha_{1,2}$  radiation in  $2\Theta$  range from  $30^\circ$  to  $80^\circ$ . The various phases were identified by matching each characteristic peak from the samples with the International Centre for Diffraction Data (ICDD) PDF4 database.

The weight losses were found to be between 0.01 and 0.83 % which indicates that the actual composition of each alloy is close to the nominal composition. EDX analysis of the binary Ti–Nb alloys were carried out to check the actual elemental composition of the alloys. The results are shown in Table 1. XRD analysis revealed that the annealed samples containing up to 25 % of Nb consist of hcp  $\alpha'$ , whereas the samples with a Nb content above 25 % are composed of  $\beta$  phase. After the quenching the samples consist of martensitic  $\alpha''$  and  $\beta$  phases. When an alloying content of 37 % is reached stable  $\beta$  is obtained. It is well accepted that only two stable solid phases exist in Ti–Nb alloys, namely hcp  $\alpha$  phase and bcc  $\beta$  phase. Besides them four nonequilibrium phases: martensitic  $\alpha'$ ,  $\alpha''$ ,  $\omega$  and metastable  $\beta$  can exist. The formation of the martensite in Ti–Nb strongly depends on the Nb content as well as on the cooling rate during quenching. The  $\omega$  phase with hcp structure can be formed during quenching the sample from a temperature in the  $\beta$  field or during ageing [8]. The former phase refers as  $\omega_{ath}$ , while the latter is mentioned as  $\omega_{iso}$ .

Table 1

Elemental composition and mass loss of researched samples

Sample	Nb, %	Ti, %	Relative mass loss, %
c.p. Ti		100	
Ti–15Nb	$14 \pm 0.7$	Balance	0.83
Ti–25Nb	$24 \pm 0.8$	Balance	0.10
Ti–30Nb	$29 \pm 0.2$	Balance	0.13
Ti–35Nb	$34 \pm 0.5$	Balance	0.01
Ti–37Nb	$37 \pm 0.4$	Balance	0.04

Fig. 1a shows that the cast c.p. Ti exhibit a typical lath type morphology. Fine acicular  $\alpha'$  martensite is visible in the sample with an alloying content of 25 % Nb after the annealing.  $\alpha'$  colonies are localized at the grain boundaries and growing from the grain boundaries into the  $\beta$  matrix. Fig. 1c shows the same sample after the quenching. The structure consists of two phases: martensite and  $\beta$  phase. The volume fraction of the martensite decreases with increasing the Nb content. Long relatively thick primary martensitic plates with and without distinct boundaries are visible. When the alloying content reaches 37 % a typical  $\beta$  structure is obtained.

Fig. 2 shows the result of the microhardness measurements. All samples exhibit a higher microhardness than c.p. Ti. The microhardness of the annealed samples increases up to a maximum of  $393 \pm 10$  HV<sub>0.05</sub>. This microhardness value corresponds to the sample with 29 % Nb. With further increasing the alloying content the microhardness decreases again. It is suggested that this peak

in microhardness is due to the presence of  $\omega$  phase. Mantani and Tajima [9] showed that 1h of aging treatment above a temperature of 573 K is enough to receive metastable  $\omega$  phase in Ti–Nb alloys in an alloying range between 25 and 40 %. The maximum microhardness of quenched samples is  $246 \pm 6 \text{ HV}_{0,05}$ , which corresponds to the Ti–15Nb sample.

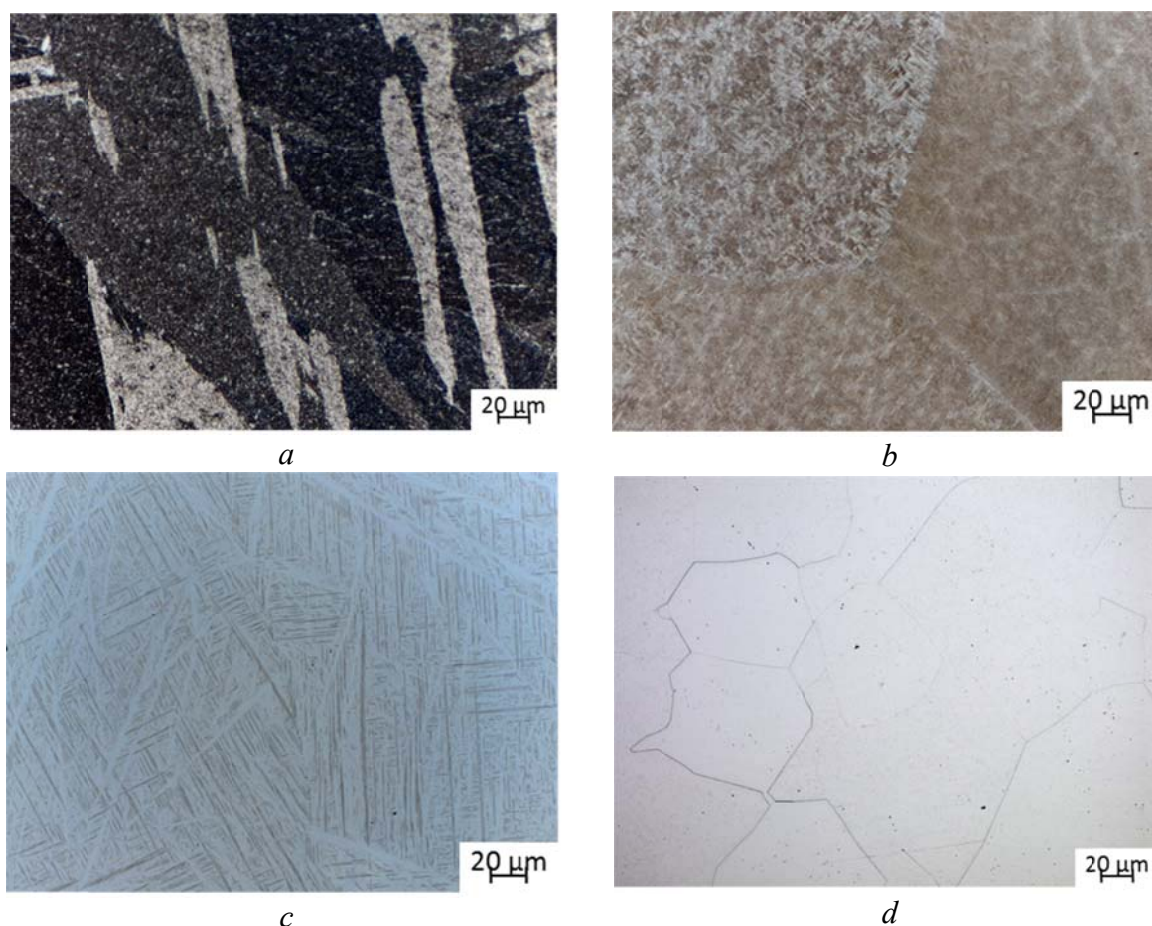


Fig. 1. Light microscopy *a* – c.p. Ti, *b* – Ti–25Nb after annealing, *c* – Ti–25Nb after quenching, *d* – Ti–37Nb after quenching

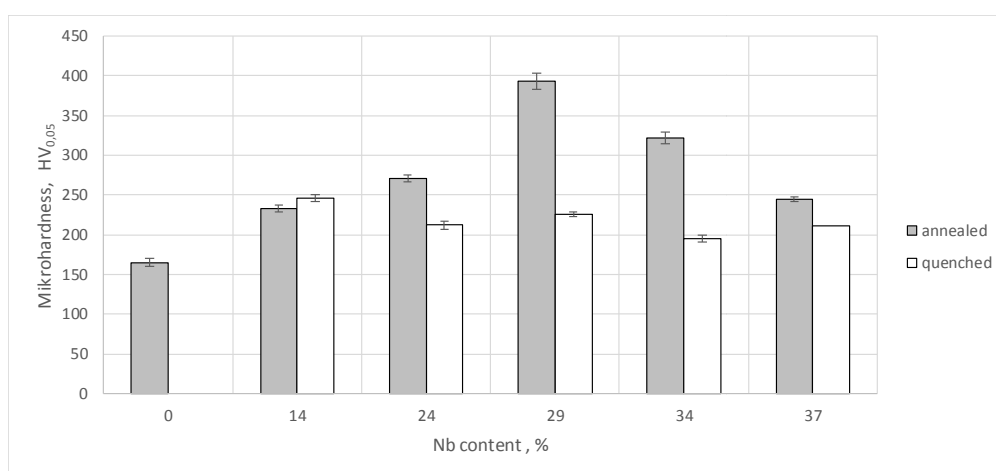


Fig. 2. Microhardness of c.p. Ti and Ti–Nb alloys

Experimental results indicated that both the microstructure and the mechanical properties strongly depend on the Nb content. After annealing  $\alpha'$  and  $\beta$  were predominating phases, after quenching the alloys consist of  $\alpha'$ ,  $\alpha''$  and  $\beta$  phase. All samples showed a higher microhardness than c.p. Ti. The microhardness of alloys with metastable  $\omega$  is higher than that of alloys with nonequilibrium  $\alpha'$  and  $\alpha''$  phases. The lowest hardness possessed alloys were  $\beta$  phase was the dominating phase.

## REFERENCES

1. Black J. Handbook of Biomaterial Properties. Boston / J. Black. MA-Springer US, 1998. 607 p.
2. Microstructure and mechanical properties of binary Ti–Nb alloys for application in medicine: 2016 / A. Thoenes [et al.] // 11th International Forum on Strategic Technology (IFOST) Novosibirsk, Russia. 2016. P. 26–29.
3. Niinomi M. Recent metallic materials for biomedical applications / M. Niinomi // Metallurgical and Materials Transactions A. 2002. V. 33. Iss. 3. P. 477–486.
4. Nasab M. B. Metallic Biomaterials of Knee and Hip – A Review / M. B. Nasab, M. R. Hassan, B. B. Sahari // Trends in Biomaterials and Artificial Organs. 2010. V. 24. Iss. 1. P. 69–82.
5. Niinomi M. Mechanical properties of biomedical titanium alloys / M. Niinomi // Materials Science and Engineering: A. 1998. V. 243. 1–2. P. 231–236.
6. Niinomi M. Mechanical biocompatibilities of titanium alloys for biomedical applications / M. Niinomi // Journal of the mechanical behavior of biomedical materials. 2008. V. 1. Iss. 1. P. 30–42.
7. Effects of alloying elements on the cytotoxic response of titanium alloys / A. Cremasco [et al.] // Materials Science and Engineering: C. 2011. V. 31. Iss. 5. P. 833–839.
8. Aging response of the Ti–Nb system biomaterials with  $\beta$ -stabilizing elements / Q. Guo [et al.] // Materials & Design. 2010. V. 31. Iss. 10. P. 4842–4846.
9. Mantani Y., Tajima M. Phase transformation of quenched  $\alpha''$  martensite by aging in Ti–Nb alloys / Y. Mantani, M. Tajima // Materials Science and Engineering: A. 2006. V. 438–440. P. 315–319.

**Г. В. Шимов<sup>\*</sup>, Д. С. Ковин, Р. В. Фоминых, А. А. Богатов**

Уральский федеральный университет имени первого президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

<sup>\*</sup>geosh@bk.ru

## **МОДЕЛИРОВАНИЕ НАЧАЛЬНОЙ СТАДИИ ЗАПОЛНЕНИЯ ФОРКАМЕРЫ ПРИ ПРЕССОВАНИИ МЕДНОЙ ШИНЫ НА ЛИНИИ НЕПРЕРЫВНОЙ ЭКСТРУЗИИ «CONFORM-400»**

В работе проведено моделирование в пакете DEFORM-3D начальной стадии заполнения форкамеры при прессовании медной шины на линии непрерывной экструзии «CONFORM-400». Исследован характер течения металла в очаге деформации при нестационарном режиме прессования. Сделан анализ скорости заполнения мертвых зон форкамеры.

*Ключевые слова:* конформ, непрерывная экструзия, медные шины, форкамера, МКЭ-моделирование.

**G. V. Shimov, D. S. Kovin, R. V. Fominykh, A. A. Bogatov**

## **MODELING OF THE INITIAL STAGE OF THE PRECHAMBER FILLING WHILE COPPER BUSBARES PRESSING ON THE CONTINUOUS EXTRUSION LINE "CONFORM-400"**

FEM simulation of the initial stage of the prechamber filling while copper busbares pressing the on the continuous extrusion line "CONFORM-400" was carried on the DEFORM-3D. The formation of the metal flow in the deformation zone under the nonstationary pressing regime is studied. An analysis is made of the filling rate of the dead zones of the prechamber.

*Keywords:* conform, continuous extrusion, copper busbars, lamination, surface blowhole, FEM simulation.

## **ВВЕДЕНИЕ**

Технология непрерывной экструзии CONFORM, предложенная Д. Грином в 1970 г. имеет ряд технических и экономических преимуществ, а также широкую сферу применения, причем особенно перспективной технология представляется в цветной металлургии [1].

Установки CONFORM с расширяющейся форкамерной матрицей (форкамерой) в настоящее время широко применяются для непрерывного прессования профилей из цветных металлов и сплавов, в том числе и в России, например, на Каменск-Уральском заводе ОЦМ при производстве медных шин из медной заготовки UPCUST [2]. Изучением технологии

Conform и поиском оптимальных режимов прессования занимаются ученые по всему миру [3–6].

Из практики работы линий непрерывной экструзии известно, что от 2 до 6 метров пресс-изделия необходимо отпрессовать для полного заполнения форкамеры и перехода к установившемуся режиму (до момента начала получения годной продукции). На стадии заполнения форкамеры пресс-изделие выходит из матрицы рваное с дефектами с окисленными включениями и отправляется в переплав. От массы металла, необходимого для запуска линии зависит общий процент выхода годного, поэтому изучение нестационарной стадии прессования является актуальным.

### МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

С целью анализа течения металла в очаге деформации было проведено МКЭ-моделирование прессования медной шины размером 8 x 62 мм из заготовки диаметром 20 мм в программном комплексе DEFORM-3D. Чертежи и размеры инструмента полностью соответствовали реальной машины «CONFORM-400» ОАО «КУЗОЦМ». Инструментальный узел прессования в сборе приведен на рис. 1.

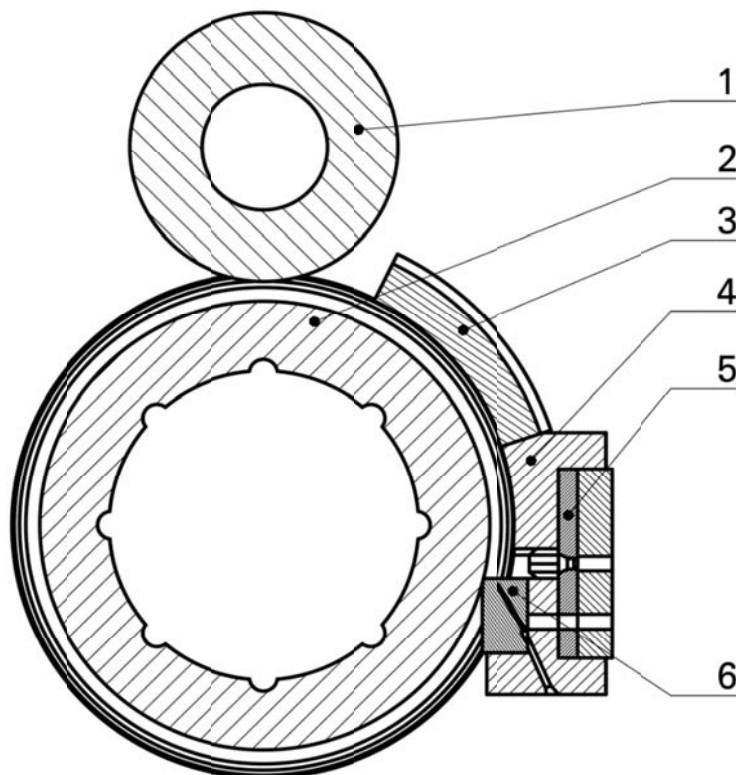


Рис. 1. Инструмент прессования ЛНЭ «CONFORM-400»:  
1 – прижимной ролик; 2 – колесо; 3 – задвижка; 4 – матричный узел с форкамерой;  
5 – матрица; 6 – упор



Основными технологическими параметрами настройки машины являются скорость вращения колеса и величина облойного зазора. При моделировании скорость прессования устанавливалась 5,4 об/мин. Величина облойного зазора между упором и колесом была выбрана  $h = 0,6$  мм (по рекомендациям предприятия). Регулировкой скорости прессования и зазора можно влиять на энергосиловые параметры прессования, а также на качество прессуемой продукции. Увеличение скорости прессования либо уменьшение зазора приводит к повышению температуры в очаге деформации и загрузки машины, что отрицательно влияет на качество получаемой шины, а также может привести к повышенному износу инструмента.

При постановке задачи были учтены реологические свойства реальной бескислородной меди. Кривые упрочнения меди ( $\text{Cu} = 99,996 \%$ ,  $\text{O}_2 = 3 \text{ ppm}$ ) были выбраны из существующей библиотеки материалов – C10100, как наиболее близкого по химическому составу. Позиционирование заготовки и инструмента после постановки задачи приведено на рис. 2. Сетка конечных элементов выбиралась из соображений повышения точности расчетов и имеет около 500 000 элементов. В очаге деформации установлено окно плотности с размером элемента 0,2 мм.

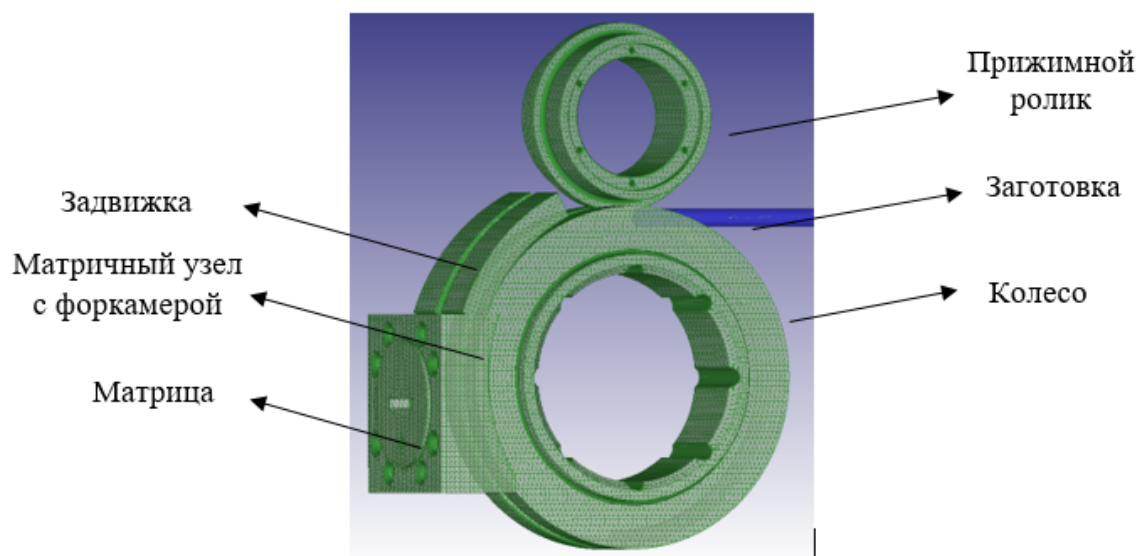


Рис. 2. Позиционирование заготовки и инструмента после постановки задачи в DEFORM-3D

Поскольку из-за особенностей деформированного состояния процесс прессования сопровождается постоянным перестроением сетки конечных элементов, время расчета задачи даже в пластические постановки составило около 700 часов. Такое время расчета оправдано высокой точностью моделирования при заполнении мертвых зон форкамеры и расчете точного времени перехода к стационарному режиму.

## РЕЗУЛЬТАТЫ МОДЕЛИРОВАНИЯ

В результате моделирования были установлены характерные особенности течения металла в очаге деформации. На рис. 3 показано поле распределения скоростей движения частиц на поверхности форкамеры. Характер течения металла на нижней грани форкамеры и на верхней идентичен, отличие заключается только в том, что в первом случае металл с контакта «колесо-металл», встречая на пути упор начинает течь вдоль нижней грани форкамеры в направлении прессования, а во втором случае поверхностные слои заготовки с контакта «ролик-металл» наоборот затягиваются в центральные зоны форкамеры.

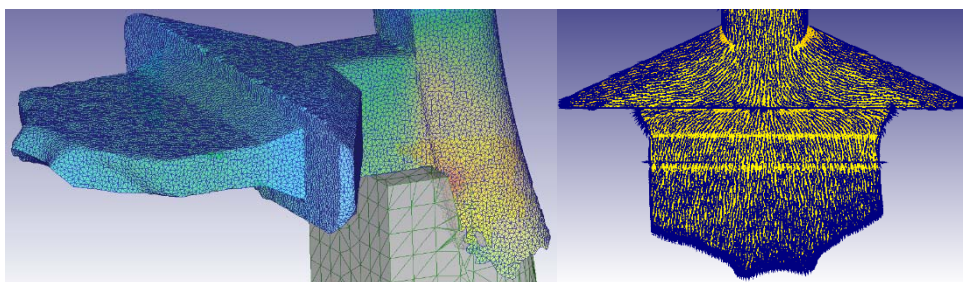


Рис. 3. Поле скоростей течения частиц металла на верхней грани форкамеры

В ходе моделирования установлено, что в желобе колеса имеются мертвые зоны (рис. 4, а, 1). Как и в любой мертвой зоне в ней могут скапливаться окислы, включения, грязь, попадающие в форкамеру с заготовкой, и в дальнейшем загрязнять пресс-изделие. Анализируя траектории движения металла в форкамере, можно констатировать, что с высокой долей вероятности в случае перехода загрязнений из мертвой зоны в форкамеру, они проявятся именно под поверхностью готовой шины.

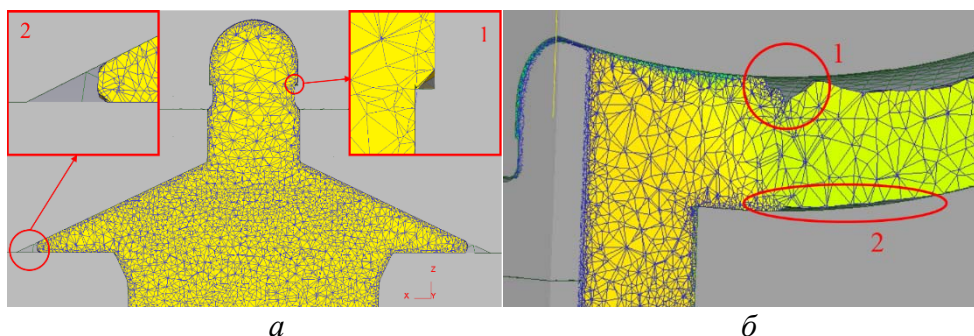


Рис. 4. а – не до конца заполненная форкамера: 1 – мертвые зоны на бурте колеса; 2 – мертвые зоны в острых углах форкамеры; б – складки металла при распрессовке заготовки в желобе колеса

Также в ходе моделирования был установлен интересный факт, который может дать основание для проведения дальнейшего исследования



вероятности затягивания воздуха в очаг деформации при заполнении металлом желоба колеса. На рис. 4, б видно, что при «распрессовке», когда заготовка деформируется и заполняет собой весь желоб колеса, могут образовываться складки (рис. 4, б, 1) и полости (рис. 4, б, 2), в которые гипотетически может попадать воздух. Этим объясняется большой процент окисленной меди при начальной стадии заполнения форкамеры. Если предположить, что эта гипотеза в некоторой степени справедлива и для стационарного режима прессования, то она может объяснять наличие расслоений и пузырей в готовом пресс-изделии.

## ВЫВОДЫ

В ходе анализа энергосиловых параметров неустановившегося режима отмечено, что давление металла на пояске матрицы устанавливается постоянным (близким к среднему при стационарном режиме) еще до полного заполнения металлом мертвых зон (рис. 4, а, 2). Это означает, что геометрия и качество отпрессованной шины может быть удовлетворительным еще до расчетного времени заполнения форкамеры. Для проверки гипотезы затягивания воздуха в форкамеру целесообразно провести моделирование установившегося режима прессования при более мелкой сетке конечных элементов во всем объеме заготовки, однако это может повлечь дальнейшее увеличение времени расчета.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Основы проектирования процессов непрерывного прессования металлов: монография / Ю. В. Горохов [и др.] Красноярск : Сиб. федер. ун-т, 2013. 268 с.
2. DEFORM-3D modeling in continuous extrusion of copper busbars for installation conform with the pre-chamber matrix / Y. V. Gorohov [et al.] // J. Sib. Fed. Univ. Eng. technol. 2016, V. 9 (6). P. 821–829.
3. Оптимизация размеров исходной заготовки для непрерывного прессования / В. М. Сергеев [и др.] // Металлы. 1993. № 1. С. 98–102.
4. Katajarinne T. Numerical simulation of flash formation in continuous rotary extrusion of copper / T. Katajarinne, T. Manninen, P. Ramsayc // Journal of Materials Processing Technology. 2006. V. 177. P. 604–607.
5. Virtual design and fabrication of a continuous extrusion setup with process analysis / K. S. Devendra [et al.] // International Journal of Engineering Research & Technology. 2012. V. 1 № 8. P. 1–8.
6. Tatsuya T. Precise extrusion technology by conform process for irregular sectional copper / T. Tatsuya, O. Kazuhiko, T. Saburou // Hitachi Cable Review. 2002. V. 21. P. 77–82.

**Г. В. Шимов<sup>\*</sup>, А. А. Завалин, А. А. Богатов**

Уральский федеральный университет имени первого президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

<sup>\*</sup>geosh@bk.ru

## ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ ПАРАМЕТРОВ ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ПРОЦЕССА НА РАСПРЕДЕЛЕНИЕ ОСТАТОЧНЫХ НАПРЯЖЕНИЙ В СТЕНКЕ ТРУБ ПРИ БЕЗОПРАВОЧНОМ ВОЛОЧЕНИИ

В работе представлены результаты исследования остаточных напряжений в нержавеющей холодноотянутых трубах, полученные при МКЭ-моделировании процесса безоправочного волочения. Установлена связь величины обжатия, угла конусности рабочей зоны волокна, скорости волочения и коэффициента трения с характером распределения и величиной остаточных напряжений в стенке труб.

*Ключевые слова:* остаточные напряжения, МКЭ-моделирование, безоправочное волочение труб, упругая разгрузка, тепловая разгрузка.

**G. V. Shimov, A. A. Zavalin, A. A. Bogatov**

## STUDY OF THE INFLUENCE OF PARAMETERS OF THE TECHNOLOGICAL PROCESS OF THE SINK DRAWING ON DISTRIBUTION OF RESIDUAL STRESSES IN THE PIPES

The paper presents the results of the FEM simulation of residual stresses in stainless cold-drawn pipes obtained during of the sink drawing. The relationship between the reduction in thickness, approach angle, drawing speed and coefficient of friction with the distribution of the residual stresses in the pipe wall.

*Keywords:* residual stresses, FEM simulation, sink drawing of pipes, release of elastic stresses, release of thermal stresses.

### ВВЕДЕНИЕ

Общим свойством остаточных напряжений является то, что они всегда бывают чисто упругими, даже если возникают в результате пластической деформации. Эти напряжения могут быть сняты или ослаблены способами, которые приводят к уменьшению упругих деформаций, соответствующих остаточным напряжениям, с последующим рассеиванием упругой потенциальной энергии, накопленной в материале [1]. Исследованиям остаточных напряжений в трубах, а особенно в трубах ответственного назначения, уделено достаточно много внимания в научной литературе, как в отечественной, так и в современной зарубежной [2–5].

## МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

Экспериментальный анализ распределения остаточных напряжений является долгой, трудоемкой и дорогостоящей процедурой, а результаты далеко не всегда однозначны. На практике производства металлоизделий более эффективным и сравнительно дешевым методом анализа является теоретический анализ, проводимый с целью прогнозирования наиболее вероятной схемы распределения остаточных напряжений в объеме изделия.

Современные пакеты прикладных программ МКЭ-моделирования при упругопластической постановке задач дают возможность наблюдать возникновение остаточных напряжений при деформационной и тепловой обработке, а также изменение напряженного состояния в объеме металлоизделий при силовой и тепловой нагрузке. В программном комплексе DEFORM при упругой постановке задачи оценка упругой разгрузки может быть произведена в каждом элементе сетки (рис. 1), что дает возможность оценить распределение остаточных напряжений по всему объему тела.



Рис. 1. Кривая нагружения упругопластического материала

В расчете остаточного напряженного состояния учитывается упругая разгрузка металла в соответствии с заданной величиной упругих констант материала. Кроме того, можно оценить температурные напряжения исходя из коэффициента температурного расширения материала. Все константы могут быть заданы таблично в зависимости, например, от температуры.

С целью анализа влияния параметров технологического процесса на распределение остаточных напряжений в стенке труб при безоправочном волочении было проведено МКЭ-моделирование в пакете DEFORM.

Заготовкой являлась труба предготовительного размера из стали 12X18H10T, которая протягивалась без оправки через волоку, после чего проводилась снятие нагрузки (удаление инструмента в DEFORM) и ее естественное охлаждение. После полной разгрузки (10–15 минут) происходила не большая упругая деформация трубы (разгрузка), перераспределение температуры и остаточных напряжений по сечению стенки трубы. После остановки расчета исследовалось распределение остаточных напряжений ( $\sigma_{xx}$ ,  $\sigma_{yy}$  и  $\sigma_{zz}$ ) в стенке трубы в зависимости от технологических параметров процесса: угла конусности рабочей зоны волоки  $\alpha$ , коэффициента трения  $\mu$ , конечной толщины стенки трубы  $S$  и

скорости волочения  $V$ . При этом за стационарную фазу волочения принималась деформация участка, отстоящего от исходного сечения выхода из волоки на расстоянии не менее 5 диаметров трубы (прутка). Материал трубы – упругопластический, материал инструмента – абсолютно жесткий. Сетка конечных элементов подбиралась так, чтобы было удобно фиксировать распределение напряжений – не менее 10 элементов по толщине стенки. Кривые упрочнения стали 12X18H10T были взяты из имеющейся библиотеки материалов пакета DEFORM. Угол наклона образующей конической рабочей части волоки  $\alpha$  варьировался от  $5^\circ$  до  $20^\circ$ . Контактное трение описывалось законом Кулона, а коэффициент трения  $\mu$  принимался постоянным на всей контактной поверхности в течение всего процесса волочения и варьировался в пределах от 0,08 до 0,12. Скорость волочения  $V$  также варьировалась в пределах от 0,2 до 1,0 м/с. Кроме того рассматривалось влияние обжата (конечная толщина стенки трубы  $S$  варьировалась от 2 до 3 мм).

## РЕЗУЛЬТАТЫ МОДЕЛИРОВАНИЯ

Ниже проиллюстрирован характер распределения остаточных напряжений в стенке труб после безоправочного волочения в зависимости от технологических параметров процесса.

На рис. 3. приведены распределения радиальных ( $a$ ), осевых ( $b$ ) и тангенциальных ( $в$ ) остаточных напряжений после безоправочного волочения трубы  $16 \times 4$  мм с обжатием по диаметру  $\varepsilon = 0,2$  и после 10-минутной тепловой разгрузки на спокойном воздухе ( $20^\circ\text{C}$ ). Волочение осуществлялось со скоростью 1 м/с при коэффициенте трения  $\mu = 0,08$ . При расчете угол наклона образующей конической рабочей части волоки варьировался:  $\alpha = 5; 10; 15; 20^\circ$ . На графиках  $S$  – радиальная координата по толщине стенки трубы. При этом  $S = 0$  соответствует внутренней поверхности трубы.

На рис. 4. показаны распределения остаточных напряжений в холоднотянутых трубах размером  $16 \times 4$  мм из стали 12X18H10T после безоправочного волочения с обжатием по диаметру 20 %. Коэффициент трения в задаче изменялся от 0,08 до 0,12 и практически не повлиял на величину и распределение остаточных напряжений.

Влияние конечной толщины стенки трубы на величину и распределение остаточных напряжений в стенке трубы диаметром 16 мм при обжатии по диаметру 20 % показано на рис. 5.

Изменение скорости волочения в диапазоне от 0,2 до 1,0 м/с практически не повлияло на величину и распределение остаточных напряжений в стенке трубы размером  $16 \times 4$  мм из стали 12X18H10T после безоправочного волочения с обжатием  $\varepsilon = 0,2$  (рис. 6).

Поскольку наибольшее количество опытных данных по остаточным напряжениям касается холодного волочения прутков и проволоки, то в

качестве тестовой задачи также удобно рассмотреть случай волочения прутка. Для этого было смоделировано волочение прутка со скоростью 1 м/с через волоку с углом конусности рабочей части  $\alpha = 6^\circ$  при коэффициенте трения  $\mu = 0,08$ . Материал прутка – сталь 12Х18Н10Т. Сопротивление деформации задано таблично. При расчете варьировалось обжатие  $\varepsilon = 2\ln d_0/d_k$ , где  $d_0$  и  $d_k$  – диаметры прутка до и после волочения соответственно. Начальный диаметр во всех случаях остается неизменным  $d_0 = 10$  мм. Результаты расчета в виде графиков распределения остаточных напряжений по радиусу сечения прутка после 15-минутной тепловой разгрузки представлены на рис. 7.

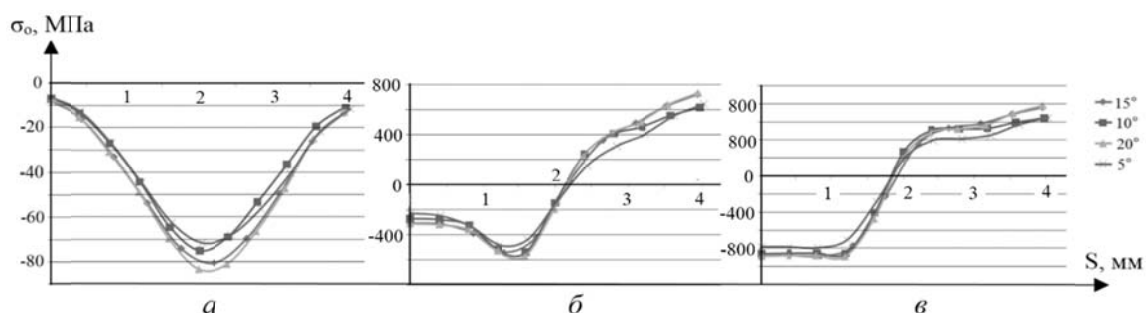


Рис. 3. Характер распределения остаточных напряжений в холоднотянутых трубах размером  $16 \times 4$  мм после безправочного волочения в зависимости от угла конусности рабочей зоны волоки  $\alpha$ :  $a$  – радиальных;  $b$  – тангенциальных;  $v$  – продольных

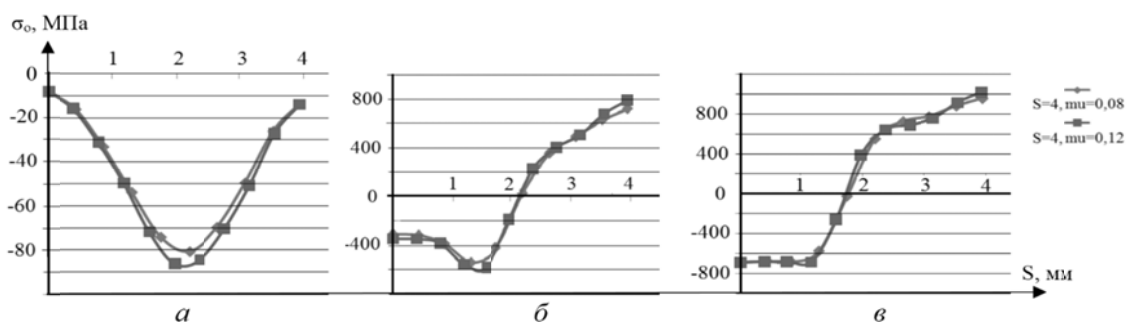


Рис. 4. Характер распределения остаточных напряжений в холоднотянутых трубах размером  $16 \times 4$  мм после безправочного волочения в зависимости от коэффициента трения  $\mu$ :  $a$  – радиальных;  $b$  – тангенциальных;  $v$  – продольных

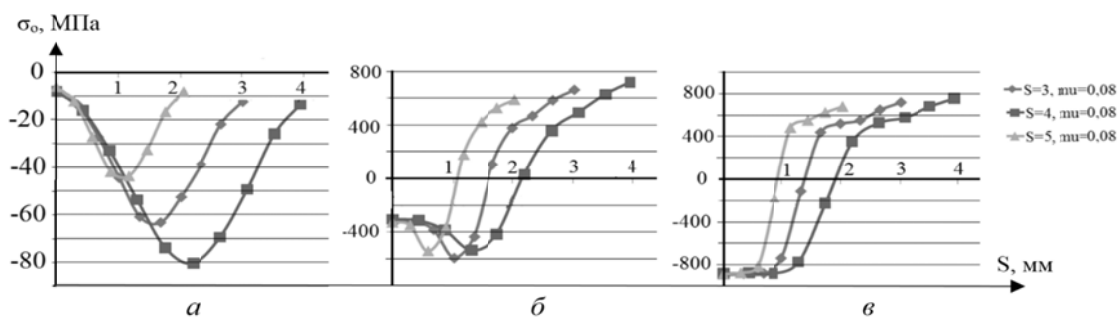


Рис. 5. Характер распределения остаточных напряжений в холоднотянутых трубах размером  $16 \times 4$  мм после безправочного волочения в зависимости от конечной толщины стенки трубы  $S$ :  $a$  – радиальных;  $b$  – тангенциальных;  $v$  – продольных

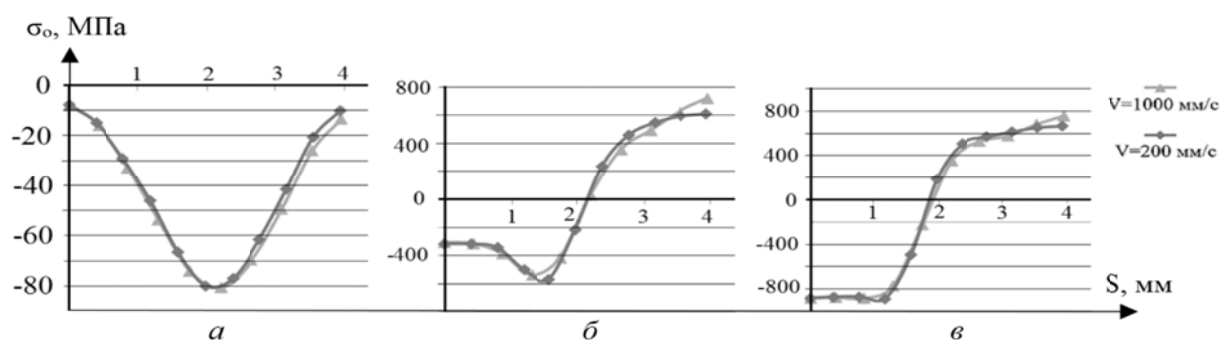


Рис. 6. Характер распределения остаточных напряжений в холоднотянутых трубах размером  $16 \times 4$  мм после безоправочного волочения в зависимости от скорости волочения  $V$ :  $a$  – радиальных;  $b$  – тангенциальных;  $v$  – продольных

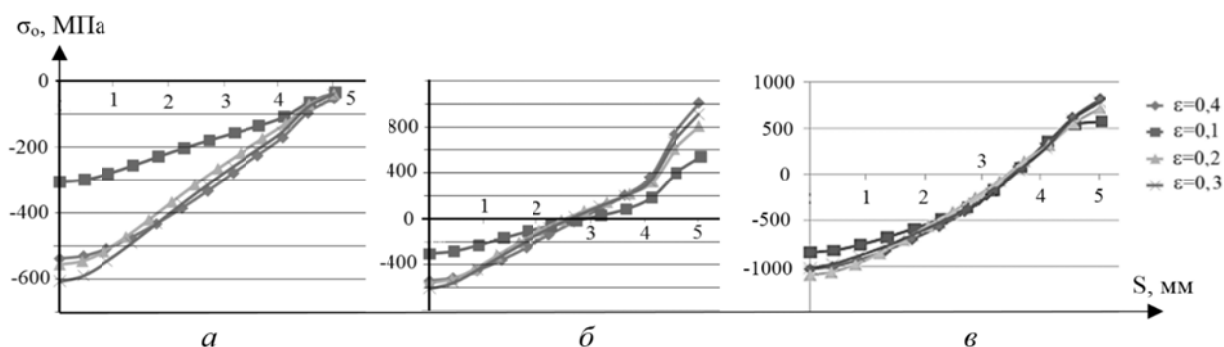


Рис. 7. Характер распределения остаточных напряжений в прутках диаметром 10 мм в зависимости от величины обжатия  $\varepsilon$ :  $a$  – радиальных;  $b$  – тангенциальных;  $v$  – продольных

Из приведенных графиков можно сделать вывод, что при безоправочном волочении труб скорость волочения и коэффициент трения практически не влияют на величину и характер распределения остаточных напряжений. Абсолютное обжатие очевидно влияет на величину остаточных напряжений, но при этом закономерность распределения их по стенке трубы не меняется. Угол конусности рабочей зоны волоки влияет на величину остаточных напряжений. Чем больше угол, тем больше остаточные напряжения. Следует отметить, что зависимость от угла конусности рабочей зоны волоки не однозначна, поскольку с одной стороны большая конусность приводит к большой вне очаговой деформации, а с другой стороны упругая разгрузка в этом случае также будет больше. Тестовая задача волочения прутка показала зависимость величины остаточных напряжений от величины обжатия. Чем меньше обжатие, тем ниже остаточные напряжения. Это объясняется тем, что при малых обжатиях прутка деформация локализуется в поверхностных слоях и не проникает вглубь заготовки. Большая доля деформации оказывается упругой, что при последующей разгрузке приводит к уменьшению величины остаточных напряжений. При увеличении обжатия остаточные напряжения увеличиваются. Сопоставляя полученные расчетные данные с

опытными, известными из литературы, можно отметить качественно подобные картины распределения по сечению холодноотянутых прутков.

### ВЫВОДЫ

В работе приведены результаты МКЭ-моделирования процесса безоправочного волочения труб. Показано влияние технологических параметров процесса на распределение остаточных напряжений в стенке трубы. Можно отметить удовлетворительное качество расчетов остаточных напряжений при упругопластическом решении задач волочения в конечно-элементной постановке. Результаты качественно совпадают с результатами, описанными в литературе по исследованию остаточных напряжений в трубах.

*Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 17-79-10072).*

### ЛИТЕРАТУРА

1. Гайдученко Б. И. Остаточные напряжения и усталость проволоки / Б. И. Гайдученко // Материалы научно-производственного семинара, 1965 г., Одесса. Москва : Черметинформация, 1967. С. 3–31.
2. Соколов И. А. Остаточные напряжения после пластической деформации металлов / И. А. Соколов, В. Л. Колмогоров // Труды УралНИИЧМ. Проблемы деформации металлов. Москва : Металлургия, 1968. Т. 6. С. 34–43.
3. Соколов И. А. Остаточные напряжения и качество металлопродукции / И. А. Соколов, В. И. Уральский. Москва : Металлургия, 1981. 96 с.
4. Савин Г. А. Волочение труб / Г. А. Савин. Москва : Металлургия, 1982. 160 с.
5. Биргер И. А. Остаточные напряжения / И. А. Биргер. Москва : Машгиз, 1963. 232 с.

УДК: 669.15.017-15

**М. А. Мариева<sup>\*</sup>, А. Н. Юрченко<sup>\*\*</sup>, О. В. Ефимова<sup>\*\*\*</sup>**

Пермский национальный исследовательский политехнический университет, кафедра «Металловедение, термическая и лазерная обработка металлов», г. Пермь

<sup>\*</sup> *marievamar@rambler.ru*, <sup>\*\*</sup> *aleksmt@gmail.ru*, <sup>\*\*\*</sup> *olga.ef2013@yandex.ru*

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук Ю. Н. Симонов

## МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА, МИКРОСТРУКТУРА И ФРАКТОГРАФИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ СТАЛЕЙ СИСТЕМЫ ЛЕГИРОВАНИЯ Х2Г2С2МФ ПОСЛЕ РАЗЛИЧНЫХ РЕЖИМОВ ТЕРМИЧЕСКОЙ ОБРАБОТКИ

Проведен анализ сталей системы легирования Х2Г2С2МФ. Получены высокие прочностные характеристики после изотермической закалки на структуру бейнита и мартенсита. Выявлены структурные особенности после различных режимов термической обработки.

*Ключевые слова:* бейнит, бейнито-мартенситная структура, феррито-бейнитная структура.

***М. А. Marieva, A. N. Yurchenko, O. V. Efimova.***

## MECHANICAL PROPERTIES, MICROSTRUCTURE AND FRACTOGRAPHIC ANALYSIS OF STEELS OF THE CR2MN2SI2MOV DEGREEING SYSTEM AFTER DIFFERENT THERMAL TREATMENT MODES

The analysis of steels of the system of alloying Cr2Mn2Si2MoV is carried out. High strength characteristics were obtained after isothermal quenching for bainite and martensite. Identified structural features after each use of heat treatment.

*Keywords:* bainite, bainite-martensitic structure, ferrite-bainite structure.

Стали системы легирования Х2Г2С2МФ на сегодняшний день, представляют большой интерес для машиностроения. Во-первых, потому, что они являются экономнолегированными, что делает их конкурентоспособными в сравнении с другими видами легированных сталей. Экономия в количестве легирующих элементов позволяет расширить область применения данных сталей. Во-вторых, при правильно подобранном режиме термообработки можно получить высокий комплекс механических свойств [1]. Такой комплекс свойств в материале обеспечивают бейнито-мартенситная, феррито-бейнитная структура и структура бескарбидного бейнита [2].



Сочетание конкурентной цены и высоких механических свойств делает применение этих сталей в машиностроении перспективными. Исследования бейнитной структуры проводятся в Китае, Индии и Испании, а также в России [2]. Одной из задач исследования в этом направлении является упрощение технологии получения бейнитной структуры с повышенными механическими характеристиками [2].

В связи с вышесказанным целью данной исследовательской работы является анализ микроструктуры, механических свойств и поверхности разрушения после различных режимов термической обработки в сталях типа X2Г2С2МФ.

В данной работе исследовали две стали 22Х2Г2С2МФ и 44Х2Г2С2МФ следующего химического состава (% масс.): 0,22 % С; 2,36 % Cr; 2,4 % Mn; 2,06 % Si; 0,39 % Mo; 0,09 % V; 0,022 % P; 0,014 % S и 0,44 % С; 2,36 % Cr; 2,4 % Mn; 2,06 % Si; 0,39 % Mo; 0,09 % V; 0,022 % P; 0,014 % S.

Термическая обработка была проведена в лабораторных условиях с использованием печей с окислительной атмосферой. Определение твердости, ударной вязкости, характеристик прочности и пластичности проводили в соответствии с ГОСТ 9013–59, ГОСТ 9454–78, ГОСТ 1497–73 соответственно. Исследование микроструктуры проводили на оптическом микроскопе Olympus GX51 при увеличениях от 100 до 1000 крат. Анализ поверхности разрушения ударных образцов и образцов растяжения проводили на световом микроскопе Olympus SZX16.

Результаты металлографического анализа показали, что смешанная бейнито-мартенситная структура образуется всегда в обеих сталях, если нагрев под закалку производится выше  $A_{c3}$ . Если нагрев производится в межкуритическом интервале температур, то в структуре обеих сталей присутствует достаточно большое количество ферритной составляющей. На рисунке 1 приведен пример образования бейнито-мартенситной структуры и структуры с ферритной фазой. Замечено, что там, где нагрев осуществлялся в межкуритическом интервале температур, наблюдается большое количество карбидов в ферритной матрице. Наряду с этим, в бейнито-мартенситной структуре ярко выраженных карбидных включений замечено не было. По-видимому, это связано малым размером карбидных выделений и их не удается увидеть на световом микроскопе, или они отсутствуют. Стоит отметить, что дисперсность бейнито-мартенситной структуры увеличивается с понижением температуры изотермической выдержки (рис.1, в, г).

Анализ механических свойств показал, что в стали с большим содержанием углерода (0,44 %) после термической обработки на бейнито-мартенситную структуру предел прочности находится на уровне 1700–2000 МПа при этом ударная вязкость колеблется в пределах  $KCV = 15 \div 25$  Дж/см<sup>2</sup>. В стали с меньшим содержанием углерода

максимальный уровень предела прочности находится в пределах 1500÷1700 МПа после термической обработки также на бейнитомартенситную структуру. Повышение предела прочности среднеуглеродистых сталей с системой легирования X2Г2С2МФ до уровня высокопрочных сталей, по-видимому связано с повышенным содержанием кремния, который вносит наибольший вклад в прочности стали по сравнению с другими легирующими элементами.

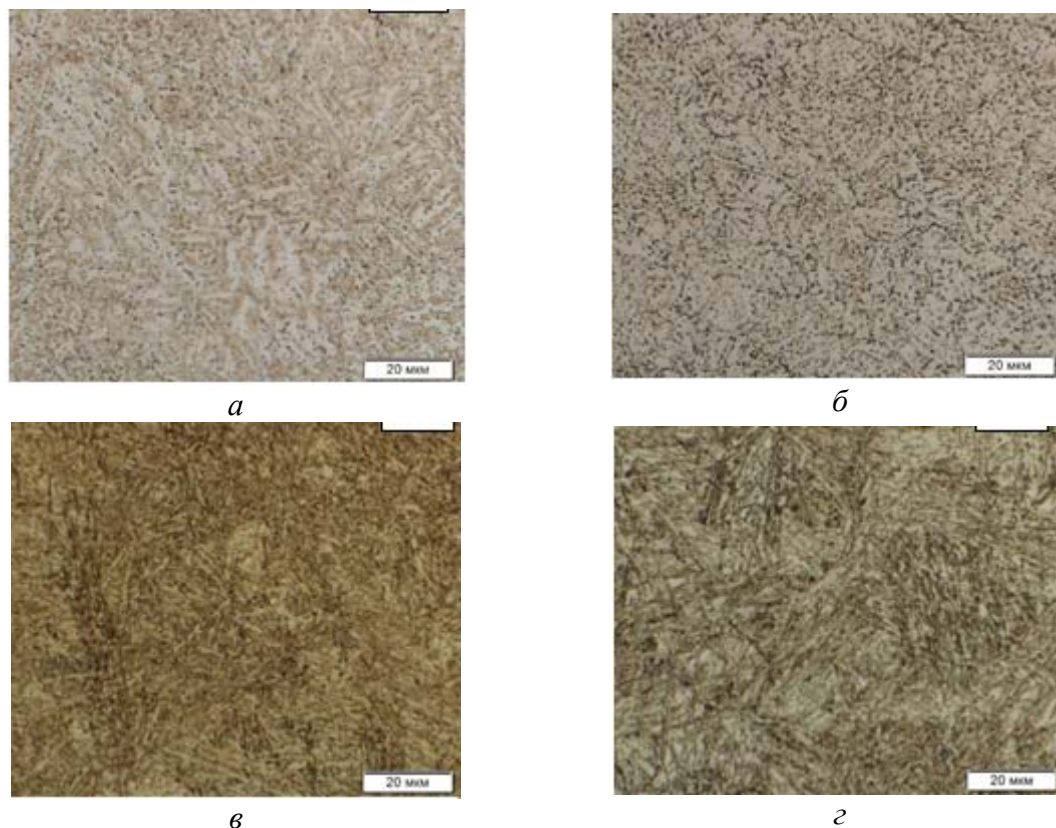


Рис. 1. Микроструктура сталей 22X2Г2С2МФ (а, б) и 44X2Г2С2МФ (в, г) после различных режимов термической обработки: а –  $T_{\text{НАГР}} = 800\text{ }^{\circ}\text{C}$ , охлаждение на воздухе; б –  $T_{\text{НАГР}} = 800\text{ }^{\circ}\text{C}$ , охлаждение с печью, в –  $T_{\text{ИЗО}} = 250\text{ }^{\circ}\text{C}$  (360 мин) охлаждение на воздухе, г –  $T_{\text{НАГР}} = 860\text{ }^{\circ}\text{C}$ , охлаждение на воздухе  $T_{\text{ИЗО}} = 325\text{ }^{\circ}\text{C}$  (360 мин) охлаждение на воздухе

Достаточно большое количество феррита в совокупности с бейнитной или мартенситной фазой приводит к резкому снижению прочностных характеристик и повышению показателей надежности. Предел прочности снижается примерно в два раза, а ударная вязкость возрастает в  $2 \div 2,5$  раза. Пример поверхностей разрушения и механических свойств после испытаний на растяжение и ударный изгиб сталей 22X2Г2С2МФ и 44X2Г2С2МФ приведен на рис. 2. Как видно, наиболее вязкое состояние (рис. 2, а, б), соответствует низким показателям прочности и более высоким значениям ударной вязкости по сравнению с более хрупким состоянием поверхности разрушения (рис. 2, в, г).

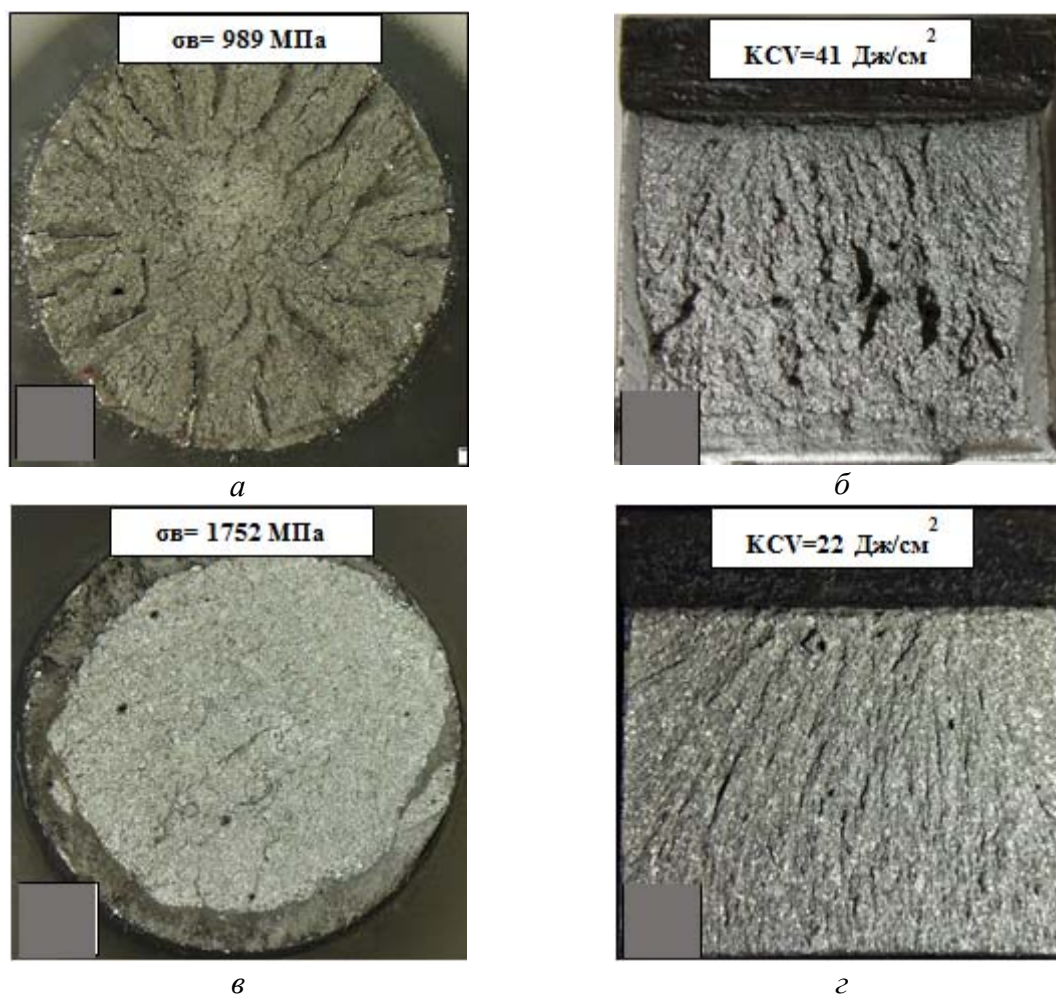


Рис. 2. Изломы половинок образцов на растяжение (*а, в*) и ударных образцов (*б, г*) для сталей 22Х2Г2С2МФ (*а, б*) и 44Х2Г2С2МФ (*в, г*): *а, б* –  $T_{\text{НАГР}} = 800\text{ }^{\circ}\text{C}$ , охлаждение печью, *в, г* –  $T_{\text{НАГР}} = 860\text{ }^{\circ}\text{C}$ , охлаждение на воздухе,  $T_{\text{ИЗО}} = 300\text{ }^{\circ}\text{C}$  (360 мин), охлаждение на воздухе

В итоге, для того, чтобы получить высокие характеристики прочности в сталях 22Х2Г2С2МФ и 44Х2Г2С2МФ, сравнимые со свойствами высокопрочных сталей, необходимо проводить закалку на структуру нижнего бейнита и мартенсита. Получение феррито-бейнито-мартенситной структуры снижает предел прочности, но повышает надежность стали.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Калетин А. Ю. Эволюция структуры и свойств кремнистых сталей при фазовом переходе аустенит-бейнит / А. Ю. Калетин, Ю. В. Калетина // Физика твердого тела. 2015, Т. 57. Вып. 1. С. 56–61.
2. Юрченко А. Н. Микроструктурные особенности, механические свойства и термическая обработка бейнитных сталей г. Пермь / А. Н. Юрченко, Ю. Н. Симонов // Вестник ПНИПУ. 2016. № 3 (3). С. 160–181.

**В. С. Миллер\***

Новосибирский государственный технический университет, г. Новосибирск

\* *veronika\_miller2@bk*

Научный руководитель – канд. техн. наук *Е. Е. Корниенко*

## ВЛИЯНИЕ ДОБАВКИ ЦИРКОНИЯ НА СТРУКТУРУ И СВОЙСТВА САМОФЛЮСУЮЩИХСЯ ПОКРЫТИЙ НА ОСНОВЕ НИКЕЛЯ

Исследовано влияние температуры нагрева на структурные преобразования в покрытиях из самофлюсующегося материала, легированного цирконием. Методами растровой электронной микроскопии, а также микрорентгеноспектрального анализа показано, что в покрытиях до оплавления по границам частиц самофлюсующегося порошка расположены волнообразные прослойки.

Оплавленные покрытия состоят из дендритов, представляющих собой твердый раствор Cr, Fe и Si в  $\gamma$ -Ni, боридов хрома (CrB) и карбидов хрома ( $\text{Cr}_7\text{C}_3$ ), а также карбидов циркония (ZrC). Установлено, что карбиды циркония (ZrC) выделяются в виде мелких включений.

*Ключевые слова:* легирование, самофлюсующиеся покрытия, Ni–Cr–Si–B, плазменное напыление.

**V. S. Miller**

## EFFECT OF ZIRCONIUM ON THE STRUCTURE AND PROPERTIES OF SELF-FLUXING NICKEL-BASED COATINGS

The article reports the research into the effects of heating temperature on structure of the Ni–Cr–Si–B plasma coatings with the addition of zirconium. The coatings research was carried out using scanning electron microscopy and EDS analysis.

The melted coatings are characterized by the presence of  $\gamma$ -Ni solid solution dendritic, chromium borides (CrB), chromium carbides ( $\text{Cr}_7\text{C}_3$ ) and zirconium carbides (ZrC). It was established, that ZrC separate out as small inclusions.

*Keywords:* alloying, self – fluxing coatings, Ni–Cr–Si–B, plasma spraying.

### Введение

Одной из актуальных задач современного машиностроения является создание таких материалов, которые могут работать при повышенных температурах, быть устойчивыми в химических средах, а так же работать в условиях износа. Одним из перспективных методов повышения

перечисленных характеристик является формирование покрытий на поверхности деталей. Сплавы системы Ni–Cr–Si–B, обладавая высокой твердостью и износостойкостью [1], а также устойчивостью к химической коррозии и окислению [2] нашли широкое применение в таких отраслях промышленности, как металлургическая, горно-нефтедобывающая, химическая и машиностроительная.

Одним из распространенных способов получения покрытий из самофлюсующихся сплавов является технология плазменного напыления. Главными преимуществами этой технологии являются возможность получения покрытий, обладающих высокой адгезией и низкой пористостью. Однако основным недостатком этой технологии является их высокая скорость охлаждения, которая способствует снижению трещиностойкости. Согласно данным работы [3] выявлено, что при формировании покрытий этими методами в материале образуются грубые включения CrB, Cr<sub>5</sub>B<sub>3</sub> или Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub>, являющиеся причиной зарождения и распространения трещин. Наиболее эффективным способом решения данной проблемы является изменение структуры самофлюсующихся покрытий за счет легирования.

### **Методы и материалы**

В качестве исходных материалов использовали самофлюсующийся порошок на основе никеля (Ni – основа, 15 % Cr, 3 % Si, 2 % B, 0,4 % C) размерами 40...100 мкм и порошок циркония размерами 5...10 мкм. Покрытия формировали из смеси порошков 98 мас. % ПР-Н77Х15СЗР2 и 2 мас. % Zr.

Порошковую смесь подготавливали в планетарной шаровой мельнице Fritsch Pulverisette 6. Порошки перемешивали в стальном стакане объемом 250 мл при помощи стальных шаров диаметром 10 мм. Соотношение массы шаров к порошковой смеси составляло 3 : 1. Режимы перемешивания: время – 30 мин, частота вращения опорного диска – 100 мин<sup>-1</sup>.

Плазменное напыление осуществляли в Институте прикладной и теоретической механики СО РАН на установке плазменного напыления порошковых материалов «Термоплазма 50-01». Смеси порошков наносили на трубы из низкоуглеродистой стали 20. Внутренний диаметр труб составлял 60 мм, толщина стенки – 3 мм. Перед напылением поверхность стальных труб очищали при помощи пескоструйной обработки. Режимы плазменного напыления: сила тока – 140 А, напряжение – 265 В, дистанция напыления – 170 мм. В качестве плазмообразующего газа использовали воздух. Функцию защитного, транспортирующего и фокусирующего газов выполняла смесь воздуха и пропан-бутана.

После напыления трубы с покрытиями оплавляли в лабораторных электрических печах камерного типа (СНОЛ-1,6.2,5.1/11-ИЗ) в течение 10 минут при температуре 1050 °С, затем образцы охлаждали на воздухе.



Металлографические исследования выполняли на растровом электронном микроскопе Carl Zeiss EVO 50 XVP с микроанализатором EDS X-Act. Образцы для растровой электронной микроскопии представляли собой поперечные микрошлифы, подготовленные по стандартной методике, включающей шлифование и полирование суспензиями.

### Результаты исследований

На рис. 1 представлены изображения покрытий на основе самофлюсующегося порошка до оплавления без и с добавкой 2 % Zr. Было выявлено, что в покрытиях встречаются неоплавленные и недеформированные частицы (рис. 1, тип А), неоплавленные, но пластически деформированные частицы (рис. 1, тип В) и частицы, которые оплавлились полностью (рис. 1, тип С). Кроме того, в покрытие легированном 2 % Zr по границам частиц самофлюсующегося порошка расположены волнообразные прослойки (1 на рис. 1). Согласно данным микрорентгеноспектрального анализа (табл. 1), можно предположить, что прослойки представляют собой области обогащенные цирконием.

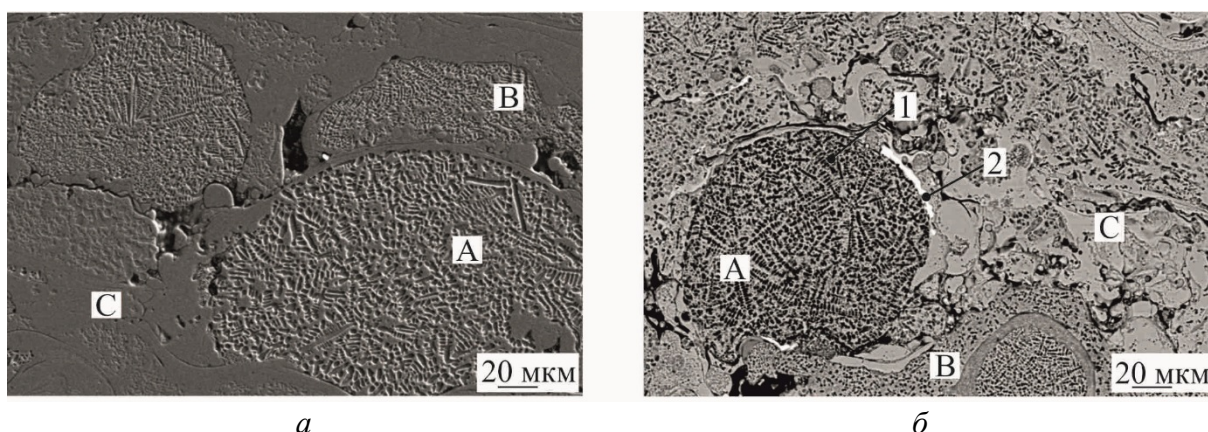


Рис. 1. Микроструктура плазменных покрытий до оплавления: *а* – изображение покрытия из порошка NiCrSiB, полученное во вторичных электронах; *б* – изображение покрытия из смеси порошков NiCrSiB + 2 % Zr, полученное в отраженных электронах

Таблица 1

Результаты локального химического анализа с рис. 1

Участок	Химические элементы						
	Ni	Cr	Si	Fe	B	C	Zr
1	73,95	7,57	9,87	5,45	–	3,16	–
2	26,89	7,28	1,78	1,39	–	14,60	18,04

В результате микроструктурных исследований было выявлено, что полученные покрытия неоднородны по сечению. С целью получения более однородной по сечению структуры, покрытия оплавливали при температуре 1050 °С. Изображения покрытий без и с добавкой Zr после оплавления, а

также результаты локального химического анализа представлены на рис. 2 и табл. 2.

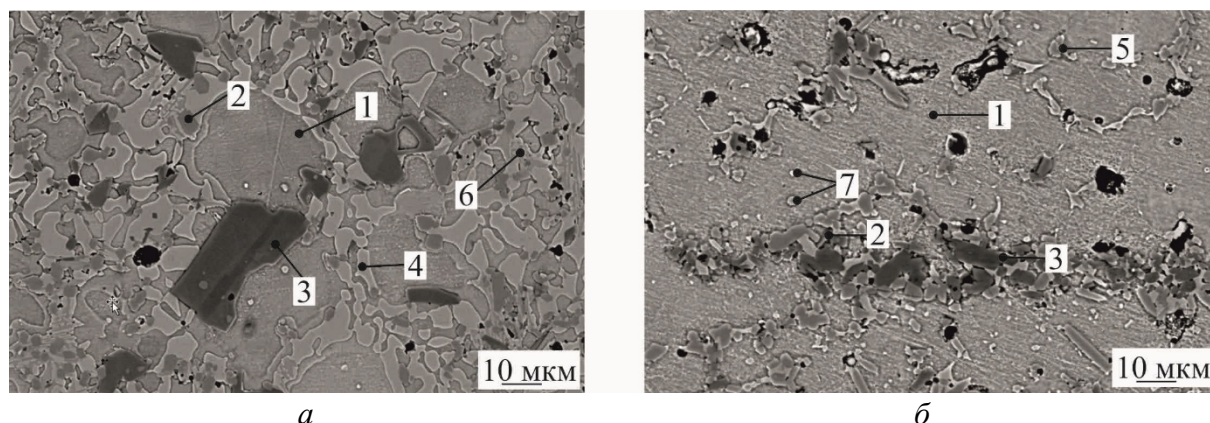


Рис. 2. Микроструктура плазменных покрытия после оплавления при 1050 °С:  
*а* – покрытия, полученные из порошка NiCrSiB; *б* – покрытия, полученные из смеси порошков NiCrSiB + 2 % Zr

Таблица 2

Результаты локального химического анализа с рис. 2

Участок	Химические элементы						
	Ni	Cr	Si	Fe	B	C	Zr
1	74,38	9,44	9,97	6,21	–	–	–
2	12,39	55,29	0,64	2,25	–	29,43	–
3	0,82	41,48	–	–	56,31	–	–
4	47,32	3,68	–	1,74	47,25	–	–
5	54,26	18,31	3,76	2,32	–	14,71	1,09
6	57,66	4,78	16,1	1,88	19,58	–	–

Видно, что покрытия без добавки и с добавкой циркония после оплавления состоят из дендритов твердого раствора Cr, Fe и Si в  $\gamma$ -Ni (1 на рис. 2). Пластинки гексагональной формы (2 на рис. 2) – это карбид хрома ( $\text{Cr}_7\text{C}_3$ ), а темно-серые частицы – борид хрома (CrB) (3 на рис. 2). Междендритное пространство в покрытиях без добавки циркония заполнено эвтектикой Ni–Ni<sub>3</sub>B (4 на рис. 2). Кроме того, согласно данным микрорентгеноспектрального анализа, участок 6 на рис. 2 содержит повышенное количество кремния, а также бор и никель. Это может свидетельствовать о наличии фаз с данными элементами. Анализ диаграммы состояния Ni–Si–B позволяет предположить, что эти области представляют собой двойную эвтектику Ni<sub>3</sub>B–Ni<sub>6</sub>Si<sub>2</sub>B [4]. Добавка циркония способствует формированию другого типа эвтектики – Ni–Ni<sub>5</sub>Zr (5 на рис. 2). В покрытиях с добавкой циркония также наблюдаются мелкие включения с ярким контрастом. Согласно данным локального химического анализа – это карбид циркония (ZrC) (7 на рис. 2).

## **Выводы**

1. В результате микроструктурных исследований было выявлено, что оплавление покрытий без и с добавкой циркония позволяет получить однородную по сечению структуру.

2. На основании данных, полученных растровой электронной микроскопией, а также микрорентгеноспектрального анализа установлено, что в покрытиях до оплавления по границам частиц самофлюсующегося порошка равномерно распределены волнообразные прослойки обогащенные цирконием.

3. Растровой электронной микроскопией показано, что покрытия NiCrSiB + Zr после оплавления состоят из дендритов никеля, междендритное пространство заполнено боридами и карбидами хрома. Кроме того, наблюдались мелкодисперсные карбиды циркония.

## **ЛИТЕРАТУРА**

1. Chaliampalias D. Comparative examination of the microstructure and high temperature oxidation performance of NiCrBSi flame sprayed and pack cementation coatings / D. Chaliampalias // *Applied Surface Science*. 2009. V. 255. P. 3605–3612.
2. Hemmati I. Effects of the alloy composition on phase constitution and properties of laser deposited Ni–Cr–B–Si coatings / I. Hemmati, V. Ocelik, J. Th. M. De Hosson // *Physics Procedia*. 2013. V. 41. P. 302–311.
3. Microstructural design of hardfacing Ni–Cr–B–Si–C alloys / I. Hemmati [et al.] // *Acta Materialia*. V. 61. 2013. P. 6061–6070.
4. Tokunaga T. Thermodynamic study of phase equilibria in the Ni–Si–B system / T. Tokunaga, K. Nishio, M. Hasebe // *Journal of Phase Equilibria*. V. 22. № 3. 2001.



**М. А. Головнин\***

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

\* *max-golovnin@yandex.ru*

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук Ю. Н. Логинов

## РАЗДЕЛЕНИЕ ДИНАМИЧЕСКОЙ И СТАТИЧЕСКОЙ СОСТАВЛЯЮЩИХ НАГРУЗКИ ПРИ ЛИСТОВОЙ ПРОКАТКЕ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ

Выполнен анализ реальных скоростных и нагрузочных диаграмм, полученных при прокатке алюминиевых сплавов. Определены периоды разгона и торможения прокатного стана, а также период стационарной прокатки. Методом сравнения крутящих моментов с учетом скоростей на диаграмме трапецеидального вида определен динамический момент прокатного стана.

*Ключевые слова:* листовая прокатка, алюминиевые сплавы, нагрузочная диаграмма, скоростная диаграмма.

**М. А. Golovnin**

## SEPARATION OF DYNAMIC AND STATIC COMPONENTS OF THE LOAD DURING SHEET ROLLING OF ALUMINIUM ALLOYS

The analysis was being executed of real speed and load impedance diagram which were obtained by rolling aluminum alloys. It was defined accelerating period and deceleration of the rolling mill as well as stationary rolling period. It was defined dynamic torque of the rolling mill by using method of comparison the rolling torques taking into account speeds in diagram of trapezoidal species.

*Keywords:* plate and list rolling, aluminum alloys, moment scheme, velocity scheme.

Анализ энергетических затрат [1] и производство полуфабрикатов из алюминиевых сплавов с заданным уровнем свойств [2], в том числе с эффектом структурного упрочнения [3] основаны на адекватном назначении параметров прокатки. Вместе с тем при горячей прокатке алюминиевых сплавов до сих пор мало изучены вопросы изменения свойств металла как в течение самого прохода реверсивной прокатки, так и в паузах между проходами. Для лучшего понимания поведения металла можно применить нагрузочные диаграммы привода прокатного стана.

Однако при этом придется учесть статические и динамические составляющие энергосиловых параметров.

Для анализа отобранные нагрузочные диаграммы привода прокатного стана 2840 ОАО «Каменск-Уральский металлургический завод». В системе мониторинга запись параметров прокатки производится в функции времени. Момент прокатки автоматически вычисляется системой, являющейся функцией тока двигателя прокатного стана. Допускаемый момент прокатки в свою очередь ограничен значением 2200 кНм, превышение которого может привести к проворачиванию муфт, надетых на валы электродвигателя.

Горячая прокатка слябов из алюминиевых сплавов осуществляется в реверсивном режиме. При этом из-за увеличения от прохода к проходу длины проката, время прокатки по проходам непрерывно увеличивается. В соответствии с этим изменяются режимы прокатки. При малом времени прокатки в первых проходах скоростная диаграмма выглядит как график треугольного вида: стан удаётся разогнать до пиковой нагрузки, а затем производить торможение. В этом случае измеряемый момент прокатки  $M$  постоянно зависит от двух составляющих: статического момента  $M_{ст}$  и динамического момента  $M_{дин}$ :

$$M = M_{ст} + M_{дин}.$$

Разделить измеряемый момент на две составляющие по внешнему виду графика и совместном их действии не удастся. В некоторых случаях для расчета динамического момента привлекают понятие махового момента, который вычисляется по инерционным характеристикам привода стана. Определить последние величины возможно только с некоторыми погрешностями, так как на него влияет переменная масса валковой системы вследствие переточек валков и другие факторы.

Наиболее целесообразно определять момент в ходе непосредственных измерений, что возможно при грамотной обработке диаграмм нагружения и скоростных диаграмм.

Описанная выше ситуация с наличием двух видов крутящих моментов изменяется в последних проходах прокатки, где длина полосы становится значительной, и прокатный стан удаётся вывести в режим прокатки с постоянной скоростью. В этом случае говорят о наличии скоростной диаграммы трапецеидального типа. Здесь выполняется условие  $M_{дин} = 0$ , что приводит к равенству  $M = M_{ст}$ .

На рис. представлены нагрузочные и скоростные диаграммы  $k-1$  и  $k-2$  прохода прокатки, здесь  $k$  – номер конечного прохода, по горизонтали – ось времени.

Как видно из графика, изменение скорости выглядит как кривая трапецеидального типа, уступы на стенках трапеции представляют собой

переключение скоростей привода. Смена знака фиксирует реверс привода. Во время разгона стана пиковые моменты равны +546 и -602 кНм. Разница  $\Delta$  между ними, как в первом, так и втором случае равна 154 кНм, эта разница и составляет динамический момент прокатки.

Проверка показала, что при прокатке других слябовых заготовок эта величина сохраняет свое значение.

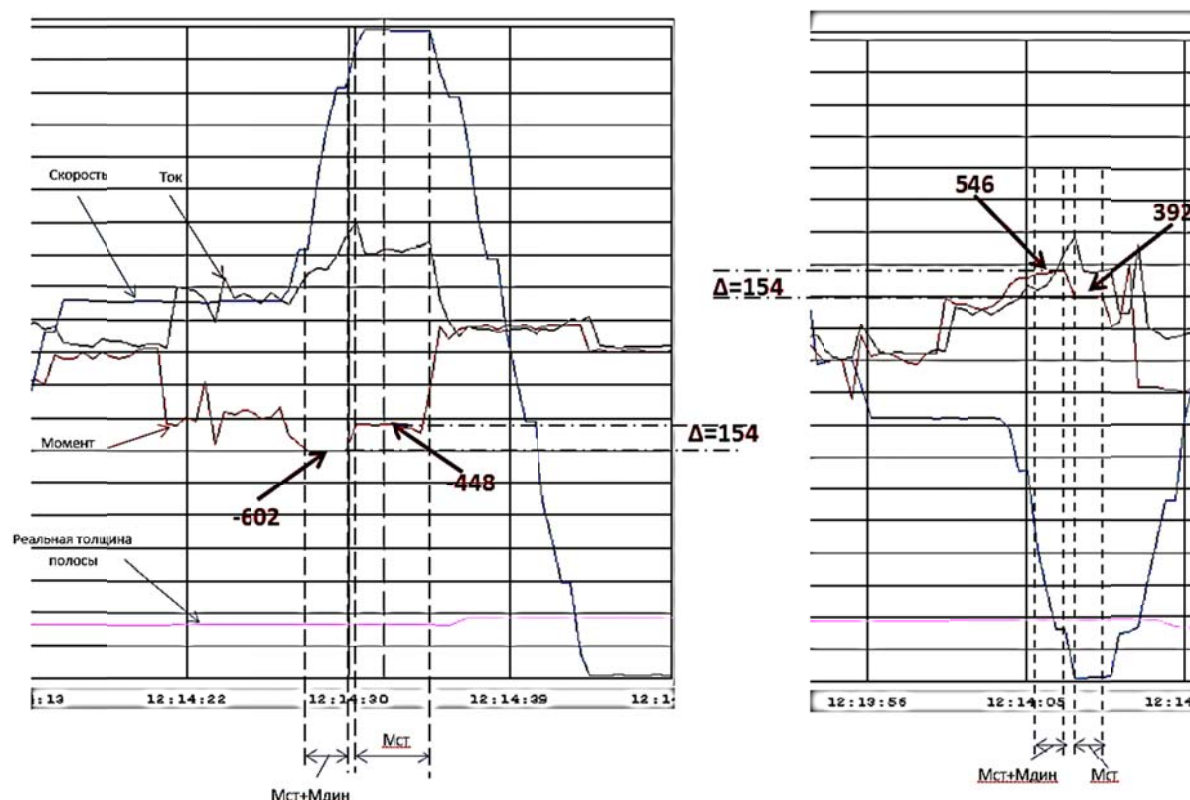


Рис. Вид нагрузочных и скоростных диаграмм стана 2840 для  $k-1$  и  $k-2$  прохода прокатки

Полученные данные позволяют адекватно обрабатывать нагрузочные диаграммы при соответствующих им скоростных диаграммах треугольного вида: из записанных значений крутящих моментов теперь можно вычитать определенное значение динамического момента и определять значение статического момента. В свою очередь, определение величины статического момента позволяет выполнить расчеты сопротивления деформации по проходам прокатки, что показано в статье [4]. После этого создается возможность оценки полноты прохождения процессов динамической и статической рекристаллизации. Последний вопрос постоянно возникает в условиях горячей прокатки, поскольку от этого зависит структура сплава и его механические характеристики [5, 6], включая анизотропию свойств [7].

## ЛИТЕРАТУРА

1. Логинов Ю. Н. Анализ энергозатрат при горячей прокатке листовых полуфабрикатов из алюминия / Ю. Н. Логинов // Производство проката. 2005. № 4. С. 19–24.
2. Середкина М. Ю. Скоростные параметры горячей прокатки заготовок из алюминиевых сплавов / М. Ю. Середкина, Ю. Н. Логинов // XIV Международная научно-техническая Уральская школа-семинар металлосведов – молодых ученых: сб Екатеринбург, 2013. С. 186–189.
3. Логинов Ю. Н. Влияние скорости деформации на эффект структурного упрочнения прессованных труб из алюминиевого сплава 6061 / Ю. Н. Логинов, О. Ф. Дегтярёва // Технология легких сплавов. 2007. № 4. С. 123–127.
4. Логинов Ю. Н. Методика определения параметров скоростного упрочнения алюминиевого сплава при горячей прокатке / Ю. Н. Логинов, М. А. Головнин // Металлы. 2017. № 2. С. 33–38.
5. Логинов Ю. Н. Модель описания деформации алюминиевых сплавов при их горячей прокатке с учетом рекристаллизационных процессов / Ю. Н. Логинов, М. Л. Лобанов, М. А. Головнин // Заготовительные производства в машиностроении. 2016. № 9. С. 32–36.
6. Взаимосвязь кристаллографических ориентировок зерен при горячей деформации и рекристаллизации в алюминиевом сплаве АМг6 / Г. М. Русаков [и др.] // Металловедение и термическая обработка металлов. 2014. № 12 (714). С. 15–21.
7. Исследование влияния технологии производства плоского проката из сплава системы Al–Mg–Si на анизотропию свойств. / Ю. Н. Логинов [и др.] // Технология легких сплавов. 2016. № 3. С. 69–74.

**Ю. В. Тугбаев\***

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

\*chilly\_willy1@mail.ru

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук Ю. Н. Логинов

## ВЫБОР УСЛОВИЯ ТЕКУЧЕСТИ ПРИ АНАЛИЗЕ ДЕФОРМАЦИИ ЦИРКОНИЕВЫХ СПЛАВОВ

Рассмотрены схемы деформации образцов из циркониевых сплавов, имеющих гексагональную плотноупакованную решетку, основанные на условии текучести Р. Хилла.

*Ключевые слова:* цирконий, гексагональная плотноупакованная решетка, испытание механических характеристик.

**Yu. V. Tugbaev**

## SELECTION OF YIELD CONDITION IN THE ANALYSIS OF THE ZIRCONIUM ALLOYS DEFORMATION

A study of zirconium alloy samples for mechanical characteristics testing which has hexagonal close-packed lattice based on the R.Hill's yield condition were provided.

*Keywords:* zirconium, hexagonal close-packed lattice, mechanical characteristics testing.

Для описания деформации анизотропных металлов с изотропным упрочнением наиболее широкое распространение получило условие текучести Р.Хилла, которое выглядит следующим образом:

$$H(S_{xx} - S_{yy})^2 + F(S_{yy} - S_{zz})^2 + G(S_{zz} - S_{xx})^2 + 2N \cdot S_{xy}^2 + 2L \cdot S_{yz}^2 + 2M \cdot S_{zx}^2 = 1, \quad (1)$$

где  $S_{ij} (i, j = x, y, z)$  – компоненты девиатора напряжений,  $H, F, G, N, L, M$  – параметры анизотропии, которые можно определить по формулам:

$$H = \frac{1}{2} \left( \frac{1}{\sigma_{sx}^2} + \frac{1}{\sigma_{sy}^2} - \frac{1}{\sigma_{sz}^2} \right); G = \frac{1}{2} \left( \frac{1}{\sigma_{sy}^2} + \frac{1}{\sigma_{sz}^2} - \frac{1}{\sigma_{sx}^2} \right); F = \frac{1}{2} \left( \frac{1}{\sigma_{sz}^2} + \frac{1}{\sigma_{sx}^2} - \frac{1}{\sigma_{sy}^2} \right); \quad (2)$$

$$N = \frac{1}{2\tau_{sxy}^2}; L = \frac{1}{2\tau_{syx}^2}; M = \frac{1}{2\tau_{syz}^2}, \quad (3)$$

где  $\sigma_{si} (i = x, y, z)$  и  $\tau_{sij} (i, j = x, y, z)$  – сопротивление деформации, измеренное в заданных направлениях.

Циркониевые сплавы имеют гексагональную кристаллическую решетку, в чем они похожи на альфа-титановые сплавы, деформация которых обсуждалась в работах [1–4].

Как и в случае изотропного материала для нахождения механических характеристик материала потребуется проведение опытов с той разницей, что опыты придется провести, испытывая материал не в одном направлении, а в нескольких. Это в большой степени затрудняет оценку свойств материала, например, для испытания на растяжение придется вырезать стандартные образцы из полуфабриката, имеющего большую протяженность в одном направлении и малую протяженность в двух других направлениях. В результате размер полуфабриката может оказаться меньше требуемой длины образца. Именно поэтому в [5] предложено применять образцы в форме куба, которые легко переориентировать в пространстве, а испытания проводить не на растяжение, а на осадку. Однако и такие опыты остаются довольно трудоемкими, потому что требуют изготовления большого количества образцов, различно ориентированных в пространстве. Поэтому актуальной задачей является сокращение количества измерений характеристик анизотропного материала.

Эта задача была решена в публикации [6], где было предложено рассмотреть деформацию металлов в состоянии гексагональной кристаллической решетки с идеальной и одинаковой ориентацией призм, имеющих в основании шестиугольник, в пространстве. При этом удалось выявить направления, в которых вследствие симметрии, связи между компонентами девиатора напряжений и тензора деформаций оказываются одинаковыми.

В частности, в условиях одноосного напряженного состояния получим при ориентации оси призмы вдоль оси  $z$   $F = \frac{1}{2\sigma_{zz}^2}$ ;  $H + F = \frac{1}{2\sigma_{xx}^2}$ ;

$H + F = \frac{1}{2\sigma_{yy}^2}$ . Ориентировка кубической заготовки с указанием

ориентации кристаллитов показана на рисунке. Из последнего набора формул видно, что следует найти две неизвестные величины  $H$  и  $F$  при возможном наличии трех измеренных напряжений. Таким образом, система уравнений оказывается переопределена. Более экономичным вариантом проведения опытов является следующий порядок их осуществления. Определяется преимущественная ориентация текстуры в направлении, перпендикулярном базисным плоскостям, в этом направлении образец подвергается осадке, находится величина  $\sigma_{zz}$  и из

уравнения  $F = \frac{1}{2\sigma_{zz}^2}$  определяется параметр  $F$ . Следующий опыт проводится нагружением в ортогональном направлении, определяется величина  $\sigma_{xx}$  или  $\sigma_{yy}$ . С учетом уже известного значения  $F$  из уравнения  $H + F = \frac{1}{2\sigma_{xx}^2}$  определяется величина  $H$ .

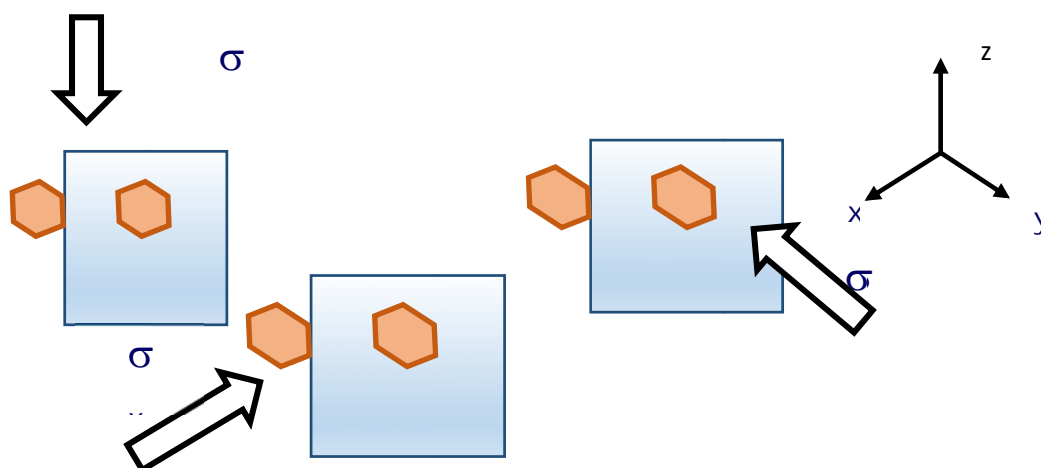


Рис. Варианты испытаний материала с ГПУ-решеткой для определения параметров  $H$  и  $F$

Это позволяет решить краевые задачи, в которых ограничено применение параметров анизотропии этими двумя величинами.

Более распространенным чем осадка методом перевода металла в состояние пластичности является внедрение индентора при определении твердости. Если бы существовали надежные методы пересчета параметров твердости на сопротивление деформации, то такой вид испытания оказался бы более экономичным. В качестве примера можно привести исследования, в которых характеристики твердости определялись при изменении направления перемещения индентора [7].

В более сложных случаях, в том числе при применении метода конечных элементов[8, 9] придется находить все параметры анизотропии, входящие в условие текучести Хилла.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Логинов Ю. Н. Схема деформирования альфа-титановых сплавов для получения полых заготовок с повышенной интенсивностью радиальной текстуры / Ю. Н. Логинов, А. А. Ершов // Титан. 2014. № 2 (44). С. 30–35.

2. Логинов Ю. Н. Проявления анизотропии в процессах деформации альфа-сплавов титана / Ю. Н. Логинов, В. В. Котов. Екатеринбург : УрФУ. 2009. 189 с.
3. Логинов Ю. Н. Обоснование влияния анизотропии на разнотолщинность холоднокатаных труб из титанового сплава / Ю. Н. Логинов, В. Г. Смирнов, В. В. Котов // Производство проката. 2008. № 2. С. 28–31.
4. Логинов Ю. Н. Аналитическое исследование с использованием МКЭ прессования  $\alpha$ -титановых сплавов и прогнозом ориентации текстуры / Ю. Н. Логинов, А. А. Ершов // Технология легких сплавов. 2012. № 3. С. 79–87.
5. Loginov Yu. N. Rheological characteristics of extruded tube from GRADE 9 titanium alloy / Yu. N. Loginov, V. G. Smirnov, V. V. Kotov // Stainless steel world, 2006. V.18. P. 51–55.
6. Логинов Ю. Н. Преобразование условия текучести при деформации металлических материалов с ГПУ-решеткой / Ю. Н. Логинов, В. Д. Соловей, В. В. Котов // Металлы. 2010. № 2. С. 93–99.
7. Логинов Ю. Н. Механические свойства сложнолегированной латуни  $\text{CuZn30Al2Mn3SiNiCr}$  в горячепрессованном состоянии / Ю. Н. Логинов, Ю. А. Шешукова, О. А. Хакимова // Цветные металлы. 2017. № 8. С.83–88.
8. Логинов Ю. Н. Моделирование процесса прессования трубной заготовки из титанового сплава в программе QFORM 2D/3D / Ю. Н. Логинов, В. В. Котов // Кузнечно-штамповочное производство. Обработка материалов давлением. 2010. № 12. С. 36–40.
9. Логинов Ю. Н. Метод конечных элементов в описании напряженно деформированного состояния процесса прессования / Ю. Н. Логинов, В. В. Котов. Екатеринбург : УрФУ. 2010. 320 с.



**В. А. Фролов, О. В. Якивчук, В. Ф. Фролов, Д. С. Ворошилов**

Сибирский федеральный университет, г. Красноярск

ООО «РУСАЛ ИТЦ», г. Красноярск

*kafomd\_1@mail.ru*

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук С. Б. Сидельников

## ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ ЛИТЫХ И ДЕФОРМИРОВАННЫХ ПОЛУФАБРИКАТОВ ИЗ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ, ЭКОНОМНО ЛЕГИРОВАННЫХ СКАНДИЕМ

Изучена микроструктура опытных сплавов системы Al–Mg, экономно легированных скандием в литом, деформированном и отожженном состоянии. Установлено, что микроструктура всех образцов представляет собой твердый раствор на основе алюминия и частицы различных фаз, расположенных преимущественно по границам зерен, вытянутых в направлении деформации. Такая структура обеспечивает сравнительно высокие механические свойства листового проката, при этом с помощью отжига имеется возможность повышать его пластические характеристики.

*Ключевые слова:* алюминиевые сплавы, скандий, прокатка, отжиг, механические испытания, микроструктура, слитки, полуфабрикаты, деформация.

**V. A. Frolov, O. V. Yakimuk, V. F. Frolov, D. S. Voroshilov**

## THE STUDY OF THE STRUCTURE OF CAST AND DEFORMED SEMI-FINISHED PRODUCTS FROM ALUMINUM ALLOYS DOPED WITH SCANDIUM ECONOMICALLY

Given the microstructure of the experimental alloys of the system Al–Mg alloy with scandium economically as-cast, deformed and annealed condition. It is established that microstructure of all the samples after deformation contains intermetallic phase located mostly at the grain boundaries along the direction of deformation.

*Keywords:* aluminum alloys, scandium, rolling, annealing, mechanical testing, microstructure, ingots, semi-finished products, strain.

Решение проблемы повышения качества изделий для металлургической промышленности связано с разработкой и внедрением новых более прочных и коррозионно-стойких алюминиевых сплавов и технологий их обработки. Основной путь решения этой проблемы – повышение удельных прочностных характеристик конструкционных

материалов за счет применения алюминиевых сплавов с повышенными механическими свойствами и коррозионной стойкостью [1].

Создания новых деформируемых термически неупрочняемых алюминиевых сплавов с повышенным уровнем прочностных свойств решается путем легирования сплавов системы алюминий-магний нетрадиционным легирующим элементом - скандием. Легированные сплавы обладают достаточным сопротивлением коррозии во влажной атмосфере и способностью сильно упрочняться при холодной деформации. Кроме того, сварные соединения этих сплавов характеризуются достаточно высокой прочностью. Имея мелкозернистую структуру, они могут подвергаться большим пластическим деформациям без специальной подготовки, что используется для получения заготовок деталей сложных форм. Сплавы системы Al-Mg со скандием, благодаря высокой свариваемости и хорошему сочетанию прочностных, пластических и коррозионных свойств, находят применение в различных отраслях промышленности, таких как судо- и ракетостроение, авиа- и космическое машиностроение [2] и др.

Применение сплавов со скандием в настоящее время сдерживается сравнительно высокой их стоимостью. Однако необходимость снижения массы и металлоемкости конструкций позволяет прогнозировать их широкое применение в недалеком будущем при условии снижения цен на скандиевую лигатуру. В связи с этим актуальной задачей, которую в настоящее время решают специалисты компании «РУСАЛ» является получение сплавов с минимальным содержанием скандия, что позволит снизить себестоимость их производства и расширить рынок сбыта.

Для проведения исследований были изготовлены 9 сплавов двух партий литья с различным содержанием переходных металлов Cr, Zr, Mn, Sc, которые оказывают существенное влияние на механические свойства и коррозионную стойкость магниевых сплавов. Базовыми являлись сплавы 5083 (без скандия) и 1570 (с содержанием скандия 0,24 %). При изготовлении плоских слитков опытных сплавов содержание скандия варьировалось до минимальных значений 0,1–0,15 % за счет дополнительного введения в сплавы циркония, хрома и марганца. Методика их обработки и механические свойства литых, деформированных и отожженных полуфабрикатов приведены в работах [3].

Для анализа микроструктуры литых полуфабрикатов исследуемых сплавов были вырезаны и подготовлены образцы из центра боковой части слитка со стороны прибыли. В структуре образцов литых полуфабрикатов (рис. 1) грубых первичных кристаллов интерметаллидных фаз не выявлено. На следующем этапе исследования определяли размер зерна слитков опытных сплавов. Образцы для микроанализа предварительно оксидировали в растворе борной кислоты с целью нанесения анизотропной пленки на поверхность шлифов. Размер зерна рассчитывали в программе

AxioVision с использованием светового микроскопа Axio Observer.A1m. Микроскопическое изображение структуры оксидированных образцов получали при увеличении 50 крат.

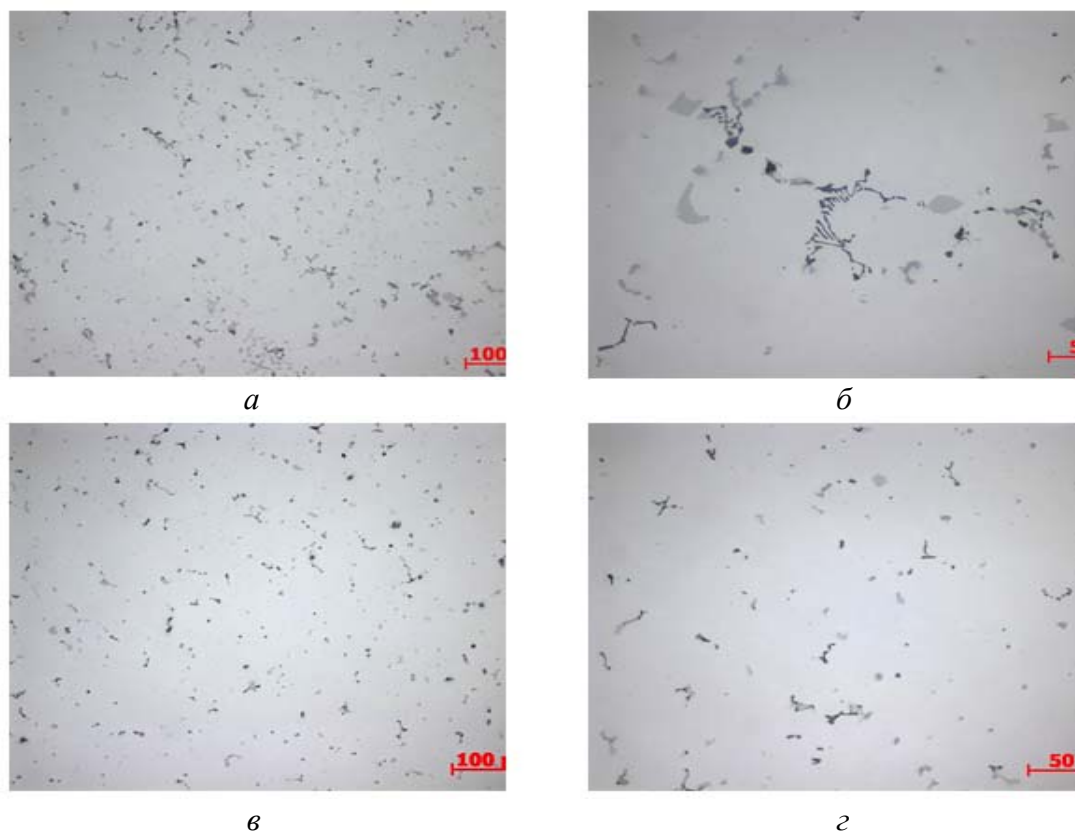


Рис. 1. Микроструктура сплава системы Al–Mg с содержанием скандия 0,10–0,12 %:  
а, б – первая партия литья; в, г – вторая партия литья; увеличение  $\times 200$  (а, в);  $\times 500$  (б, г)

Известно, что Sc и Zr являются эффективными модификаторами структуры опытных сплавов. Мелкокристаллическое строение выявлено в образце сплава 1570 в обеих партиях литья, при этом размер зерна образца второй партии литья был значительно меньше (примерно в 2 раза) размера зерна первой партии того же сплава и составлял 65 мкм. Такое существенное измельчение литой структуры можно объяснить повышенным содержанием в составе сплава модификаторов Sc и Zr.

Для получения полуфабрикатов заданной толщины были реализованы высокие степени деформации при горячей и холодной прокатке. При холодной деформации изменилось структурное состояние металла, в результате чего зерна вытянулись в направлении деформации, образуя волокнистое строение (рис. 2).

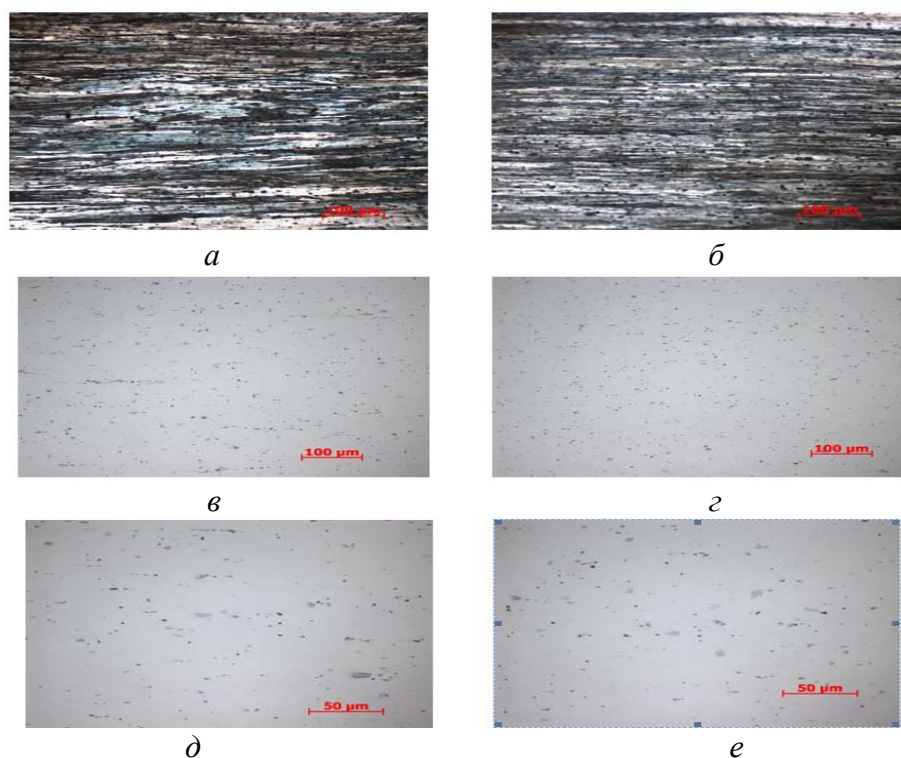


Рис. 2. Микроструктура образцов сплава с содержанием скандия 0,10–0,12% толщиной 1 мм: а, в, д – деформированные; б, г, е – после отжига; а, б – с оксидированием; в–е – без оксидирования; а–г –  $\times 200$ ; д, е –  $\times 500$

Увеличение степени деформации при получении полуфабрикатов приводило к их упрочнению и снижению пластичности. Для получения оптимального комплекса свойств деформированных изделий применили рекристаллизационный отжиг. В зависимости от химического состава сплава рекристаллизационные процессы могут начинаться при разных температурах. Большинство легирующих элементов, особенно переходные металлы, повышают температуру начала рекристаллизации сплава и тормозят развитие рекристаллизационных процессов. При нагреве сплавов Al–Mg, легированных скандием, происходит распад твердого раствора с образованием дисперсных когерентных выделений фазы  $Al_3Sc$ , оказывающих значительное упрочняющее действие и повышающих температуру рекристаллизации деформированного полуфабриката. Максимальное упрочнение достигается при нагреве до 300–400 °С, более высокие температуры приводят к коагуляции фазы  $Al_3Sc$  и разупрочнению. Добавка скандия совместно с цирконием позволили сохранить в полуфабрикатах после термообработки нерекристаллизованную структуру и получить за счет этого значительный эффект структурного упрочнения.

Для изучения возможности получения требуемого комплекса механических свойств проводили металлографический анализ образцов из исследуемых сплавов, толщиной 1 мм, полученных из заготовки толщиной 10 мм (см. рис. 2) .

На основе результатов проведенных исследований структуры литых и деформированных полуфабрикатов можно сделать следующие выводы:

- Sc и Zr являются эффективными модификаторами структуры опытных сплавов и позволяют получить достаточно мелкое зерно в структуре;
- структура всех исследуемых образцов в деформированном состоянии представляет собой твердый раствор на основе алюминия и частицы различных фаз, расположенных преимущественно по границам зерен, вытянутых в направлении деформации;
- исследование структуры образцов по проходам холодной прокатки показало, что с увеличением степени деформации происходит дробление интерметаллидных кристаллов с 15–25 мкм до размеров менее 5 мкм, и более равномерное их распределение по объему;
- грубых дефектов, расслоений в исследуемых полуфабрикатах не обнаружено.
- структура деформированных и отожженных полуфабрикатов обеспечивает получение требуемого комплекса механических свойств [3].

*Статья подготовлена с использованием результатов работ, выполненных в ходе проекта 03.G25.31.0265 “Разработка экономнолегированных высокопрочных Al–Sc сплавов для применения в автомобильном транспорте и судоходстве” в рамках Программы реализации комплексных проектов по созданию высокотехнологичного производства, утвержденных постановлением Правительства РФ от 9 апреля 2010 г. № 218.*

## ЛИТЕРАТУРА

1. Горбунов Ю. А. Роль и перспективы редкоземельных металлов в развитии физико-механических характеристик и областей применения деформируемых алюминиевых сплавов / Ю. А. Горбунов // Журнал сибирского федерального университета. 2015. С. 636–645. (Техника и технологии).
2. Филатов Ю. А. Исследование и разработка новых высокопрочных свариваемых сплавов на основе системы Al–Mg–Sc и технологических параметров производства из них деформированных полуфабрикатов : автореф. дис. ... д-ра техн. наук / Ю. А. Филатов. Москва, 2000. С. 50.
3. Фролов В. А. Исследование механических свойств полуфабрикатов из алюминиевых сплавов, экономно легированных скандием // Инновационные процессы обработки металлов давлением: материалы II международной научно-практической конференции / под ред. М. В. Чукина. Магнитогорск : взд-во Магнитогорск. гос. техн. ун-та им. Г. И. Носова, 2016. С. 23–24.

**Ю. А. Шешукова<sup>\*</sup>, О. А. Хакимова**

ОАО «Ревдинский завод ОЦМ», г. Ревда

<sup>\*</sup>*SheshukovaUA@rzocm.ru*

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук Ю. Н. Логинов

## АНИЗОТРОПИЯ СВОЙСТВ СЛОЖНОЛЕГИРОВАННОЙ ЛАТУНИ CuZn30Al2Mn3SiNiCr

Выполнены измерения твердости в трех ортогональных направлениях образцов латуни CuZn30Al2Mn3SiNiCr. Обнаружено проявление анизотропии твердости: при перемещении индентора в радиальном направлении твердость по Виккерсу оказывается на 30 %, по Роквеллу на 5 % и по Бринеллю на 9 % ниже, чем в остальных направлениях.

*Ключевые слова:* сложнолегированная латунь, медно-цинковые сплавы, синхронизаторы коробок передач автомобиля, прессование, механические свойства, твердость, анизотропия, пластичность.

**Yu. A. Sheshukova, O. A. Khakimova**

## ANISOTROPY OF THE PROPERTIES OF COMPLEX BRASS OF CuZn30Al2Mn3SiNiCr

Hardness measurements were made in three orthogonal directions on brass CuZn30Al2Mn3SiNiCr were measured. The manifestation of hardness anisotropy is revealed: when the indenter moves in the radial direction, Vickers hardness is 30 %, Rockwell is 5 % and Brinell is 9 % lower than in the other directions.

*Keywords:* complex-alloyed brass, copper-zinc alloys, synchronizers of automobile gearboxes, pressing, mechanical properties, hardness, anisotropy, plasticity.

В автомобильной промышленности используются медно-цинковые сплавы повышенной прочности и износостойкости, находящие применение для изготовления узлов и деталей, работающих в тяжелых условиях. К ним относятся кольца синхронизаторов коробки передач. Обычная схема производства таких колец предполагала изготовление методом горячего прессования трубы относительно большого диаметра, нарезку из трубы колец и формование из них зубчатых шестерен синхронизатора. При проектировании коробок передач для различных модификаций автомобилей применялись заготовки из различных марок латуни. Особенности подготовки к прессованию и последующей горячей

обработки одних из недавно разработанных марок латуни ЛМЦАЖН обсуждались в работе [1], латуни ЛМЦАЖКС в работе [2]. На смену этих марок латуней приходят другие, обладающие повышенными эксплуатационными характеристиками. Одна из латуней имеет химический состав, оцениваемый сочетанием  $\text{CuZn30Al2Mn3SiNiCr}$  или ЛМцАКХН 62–3–2–0,8–0,2–0,4. Наличие в ней хрома позволяет дополнительно упрочнить металл в сочетании с дополнительными приемами обработки. Последние исследования в области изучения свойств меди и медных сплавов показывают на возможность проявления ощутимой анизотропии свойств [3–5], что приходится учитывать конструкторам и технологам. Для трубных заготовок, получаемых методом горячего прессования, аналогичные исследования в области материаловедения титана привели к необходимости введения параметров Кернса, которые оказались введены даже в стандартизованные характеристики материала [6, 7].

Испытанию подвергли образцы трубной заготовки размером наружным диаметром 67,8 мм и внутренним диаметром 53 мм. Последовательность получения этих труб включала приготовление сплава, отливку непрерывнолитой заготовки, горячее прессование со скальпированием и прессовой прошивкой на горизонтальном гидравлическом прессе усилием 31,5 МН при температуре 670 °С, правку на косовалковой правильной машине и безокислительный отжиг в проходной печи при температуре (450–470) °С и скорости 3 м/ч.

Общий объем выборки измерений твердости составил 720 значений. Средние значения твердости по выборкам из 240 измерений составили: 214 *HV*; 91 *HRB* и 64 *HB*. Значимые различия по величинам твердости наблюдаются по радиальной, тангенциальной и осевой координатам. Наибольшие значения твердости *HRB* и *HB* наблюдаются на площадках, ориентированных вдоль оси прессования *z*. Этого не наблюдается при измерении твердости методом Виккерса, что можно объяснить различиями в условиях испытания. При этом общей чертой результатов испытаний являются резко меньшие значения твердости на площадках, ориентированных ортогонально радиальной координате *r*. Относительная разница этого отличия составляет 30 % для *HV*, 5 % для *HRB* и 9 % для *HB*. Дополнительное подтверждение существенной разницы в значениях твердости по Виккерсу, измеренных в различных направлениях, приведено на рисунке, где отражены относительные частоты измерений для выборки измерений по радиусу (слева) и в остальных направлениях (справа). Видно, что диапазоны частот довольно сильно отстоят друг от друга. Это говорит о значительной текстурованности изучаемой марки латуни. Применительно к двойной латуни этот эффект обсуждался в статье [8], а применительно к алюминиевой латуни – в статье [9].

Следует также отметить, что отмеченная в технических требованиях на продукцию черта по достижению необходимой твердости для продукции 80 *HRB*, не пересекается во всех случаях выполненных измерений.

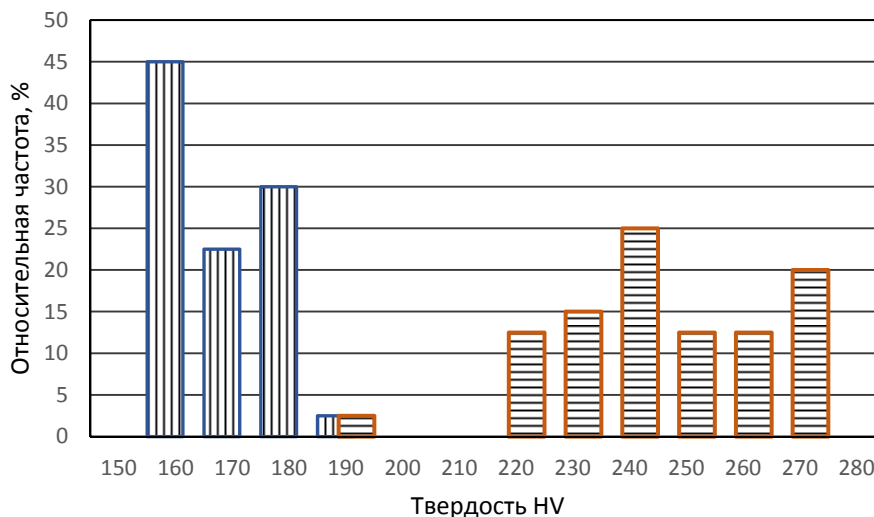


Рис. Относительные частоты измерений для выборки измерений твердости HV по радиусу (вертикальная штриховка) и в остальных направлениях (горизонтальная штриховка)

Практическая значимость работы заключается в установлении анизотропии твердости сплава, что может уточнить подход к отбору образцов для испытаний у изготовителя продукции и у заказчика этой продукции.

Выводы. Выполненные измерения механических свойств латуни CuZn30Al2Mn3SiNiCr в горячепрессованном состоянии показали, что в промышленных условиях производства наблюдается значительная дисперсия твердости, временного сопротивления, условного предела текучести и относительного удлинения до разрыва, что объяснено сложностью химического состава, фазового и структурного состояния сплава. Установлены средние значения достигаемых в производственных условиях величин  $\sigma_{0,2} = 519$  МПа,  $\sigma_b = 783$  МПа,  $\delta = 8$  %, *HRB* = 91. Обнаружено проявление анизотропии твердости: при перемещении индентора в радиальном направлении твердость по Виккерсу оказывается на 30 %, по Роквеллу на 5 % и по Бринеллю на 9 % ниже, чем в остальных направлениях.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Овчинников А. С. Разработка технологии изготовления труб из сложнолегированной латуни ЛМЦАЖН / А. С. Овчинников,



- Ю. Н. Логинов // Заготовительные производства в машиностроении. 2014. № 11. С. 24–28.
2. Овчинников А. С. Особенности прессования труб из сложнолегированной латуни ЛМЦАЖКС / А. С. Овчинников, Ю. Н. Логинов // Производство проката. 2012. № 4. С. 38–41.
  3. Логинов Ю. Н. Проявления текстуры в полуфабрикатах из меди / Ю. Н. Логинов, В. В. Котов // Особенности обработки и применения изделий из тяжелых цветных металлов: материалы Международной научно-практической конференции. 2006. С. 368–377.
  4. Влияние направления кристаллизации на анизотропию пластического течения непрерывнолитой меди / Ю. Н. Логинов [и др.] // Литейщик России. 2008. № 10. С. 36–38.
  5. Логинов Ю. Н. Формоизменение и сопротивление деформации анизотропной непрерывно-литой меди / Ю. Н. Логинов, А. Ю. Зуев // Заготовительные производства в машиностроении. 2011. № 1. С. 32–37.
  6. Логинов Ю. Н. Аналитическое исследование с использованием МКЭ прессования  $\alpha$ -титановых сплавов и прогнозом ориентации текстуры / Ю. Н. Логинов, А. А. Ершов // Технология легких сплавов. 2012. № 3. С. 79–87.
  7. Логинов Ю. Н. Метод определения параметров Кернса / Заводская лаборатория. Диагностика материалов // Ю. Н. Логинов, В. В. Котов, В. Г. Смирнов. 2010. Т. 76. № 11. С. 39–43.
  8. Severe mechanical anisotropy of high-strength ultrafine grained Cu–Zn tubes processed by parallel tubular channel angular pressing (PTCAP) / V. Tavakkoli [et al.] // Materials Science & Engineering A. 2015. V. 625. P. 50–55.
  9. Effects of microstructure on the deformation behavior, mechanical properties and residual stress of cold-rolled HA177-2 aluminum brass tube / Yongda Mo [et al.] // Journal of Materials Processing Technology. 2016. V. 235. P. 75–84.

**Ю. В. Сулова**\*

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург;

ФГУП «ПО «Октябрь», г. Каменск-Уральский

\* *suslowa.iuliya2016@yandex.ru*

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук Ю. Н. Логинов

## ПРОБЛЕМЫ ВЫРУБНЫХ ОПЕРАЦИЙ ПРИ ОБРАБОТКЕ ЛИСТОВ ИЗ АЛЮМИНИЕВЫХ СПЛАВОВ

С помощью профилометра ContourGT-I выполнены эксперименты по измерению шероховатости боковой поверхности дисковых заготовок, полученных в вырубном штампе. Приведен список параметров, влияющих на качество поверхности в месте вырубки.

*Ключевые слова:* листовая штамповка, заусенец, шероховатость поверхности, профилометр.

***Yu. V. Suslova***

## PROBLEMS OF CUTTING OPERATIONS IN PROCESSING OF SHEETS FROM ALUMINUM ALLOYS

The paper provides the data of experiments performed to measure the roughness of the lateral surface of disk blanks obtained in a die using profilometer ContourGT-I. It also provides the list of parameters affecting the quality of the surface at the cutting site.

*Keywords:* sheet stamping, burr, surface roughness, profilometer.

Листовой штамповкой получают большое количество изделий, в том числе достаточно простой конфигурации. К ним относятся шайбы, изготавливаемые из различных материалов: стали, сплавов легких и тяжелых металлов. Формообразующей операцией для их получения является вырубка. В процессе изготовления используется листовая заготовка, предварительно раскроенная для последующей операции листовой штамповки. Одними из главных проблем при вырубке являются получение заусенца и прогиб заготовки.

Для того, чтобы узнать величину заусенца, необходимо измерить величину шероховатостей поверхностей шайбы. Требования к шероховатости поверхности указаны в ГОСТе или ТУ на шайбы. Шероховатость поверхности можно измерить прибором, называемым профилометром. Наиболее совершенными на сегодняшний день являются бесконтактные трехмерные профилометры с высоким латеральным разрешением. В работе применили профилометр ContourGT-I

производства компании Bruker. В нем все процессы, включая управление объективами, линзами и освещением полностью автоматизированы, а наклон сканирующей головки обеспечивает гибкость угла измерения, точное и быстрое формирование изображения.

Профилометр (рис. 1) устанавливается на лабораторный стол с изоляцией вибрации по промышленным стандартам.

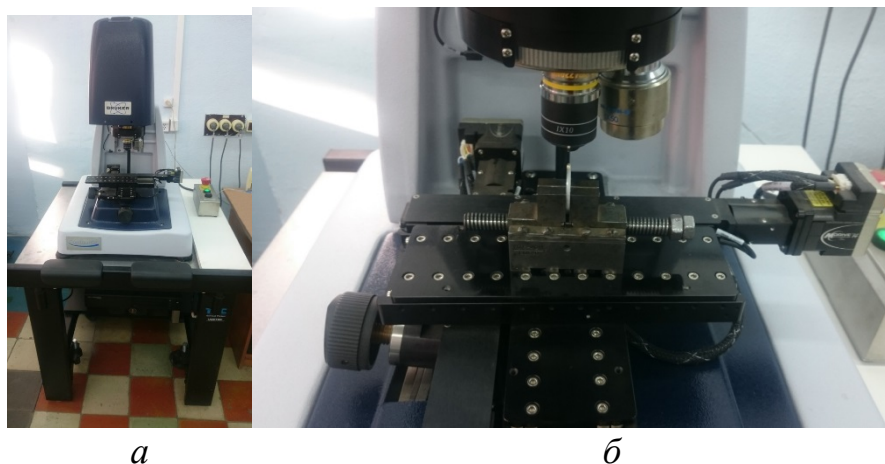


Рис. 1. Профилометр (а) с системой крепления образца (б)

Система профилометра подключена к персональному компьютеру (рис. 2), что позволяет управлять ей, осуществлять настройку и выводить данные на экран монитора.

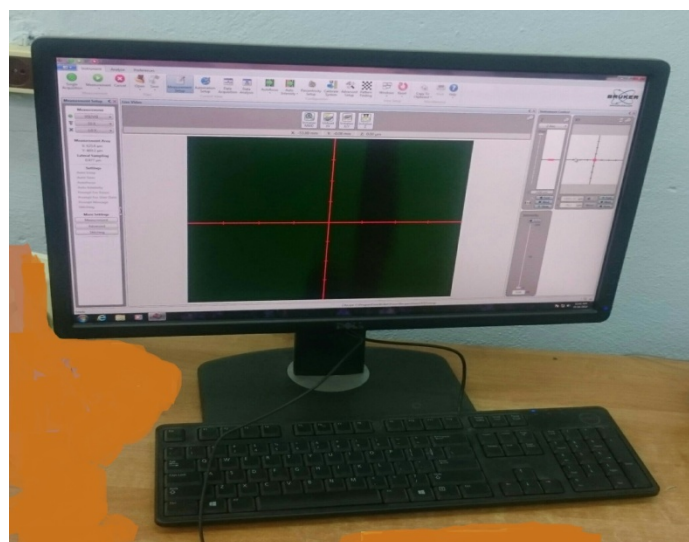


Рис. 2. Монитор с полем для вывода информации

В широко известном в среде технологов штамповочных производств справочнике В. П. Романовского [1, с. 24] по холодной штамповке приведено большое количество рекомендаций по выбору зазоров между стенкой штампа и пуансоном при вырубке различных материалов.

Например, при вырубке алюминиевого листа толщиной до 3 мм следует назначить односторонний зазор 2...4 %, а при толщине листа 3...10 мм надо обеспечить зазор 4...6 % от толщины. При этом не указано, что следует сделать с зазорами при изменении состояния поставки листа (мягкое или твердое), а кроме того, видимо все алюминиевые сплавы следует подвергать штамповке по рецепту для алюминия. Однако механические свойства алюминиевых сплавов резко изменяются в зависимости от состояния поставки и этих состояний может оказаться значительное количество даже для одного сплава.

Вместе с тем, известно, что для формирования качественной боковой поверхности вырубаемой детали надо обеспечить оптимальное сочетание параметров. Если материал слишком пластичный, а зазоры в штамповом инструменте слишком большие, то будут созданы условия для развития заусенца, который придется устранять теми или иными методами, что удорожает технологию. Если ситуацию развернуть в противоположном направлении, то кромка заготовки окажется покрыта трещинами из-за раннего истощения ресурса пластичности и придется принимать меры по ее разглаживанию с возможной потерей необходимой точности изготовления. Ранее учет состояния поставки металла предлагалось учитывать при листовой штамповке в работах [2, 3].

Можно создать список не учитываемых ранее при листовой штамповке факторов, создающих трудности при реализации процесса:

- различия в деформационном упрочнении;
- различия в фазовом состоянии материала;
- различия в состоянии поверхности, в том числе за счет лакировки;
- различия в текстурном состоянии;
- различия в скоростном режиме процесса.

Отмеченные различия частично были исследованы в работах [4, 5]. В одной из последних работ [6] описан цикл экспериментальных исследований в области вырубки с оценкой стрелы прогиба дисковых заготовок, шероховатости места реза. В том числе показано, что для различных материалов: сталь 20, медь М1, латунь Л68, алюминиевый сплав АМц - оптимальные параметры процесса окажутся разными.

В настоящей работе с помощью профилометра выполнены измерения шероховатости боковой поверхности вырубленных из алюминиевого сплава шайб и сделаны выводы о влиянии различных факторов на процесс.

#### ЛИТЕРАТУРА:

1. Романовский В. П. Справочник по холодной листовой штамповке / В. П. Романовский. Ленинград : Машиностроение, 1979. С. 520.

2. Ершов А. А. Оптимизация начальной формы заготовки в PAM-STAMP 2G / А. А. Ершов, В. В. Котов, Ю. Н. Логинов // *Металлург*. 2012. № 4. С. 32–35.
3. Ершов А. А. Изучение с помощью программы PAM-STAMP влияния состояния поставки материала на формуемость при штамповке / А. А. Ершов, Ю. Н. Логинов // *Металлург*. 2014. № 3. С. 38–41.
4. Effect of the strain rate on the properties of electrical copper / Y. N. Loginov [et al.] // *Russian metallurgy (Metally)*. 2011. Т. 2011. № 3. С. 194–201.
5. Взаимосвязь кристаллографических ориентировок зерен при горячей деформации и рекристаллизации в алюминиевом сплаве АМг6 / Г. М. Русаков [и др.] // *Металловедение и термическая обработка металлов*. 2014. № 12 (714). С. 15–21.
6. Яворовский В. Н. Особенности вырубки круглых деталей из тонколистового материала / В. Н. Яворовский, П. А. Корнийченко, Д. Н. Надводнюк // *Вісник Національного технічного університету України «Київський політехнічний інститут»*. Серія: *Машинобудування*. 2013. № 3 (69). С. 185–190.

**С. В. Данилов<sup>\*</sup>, Е. А. Макарова, М. А. Зорина**

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

<sup>\*</sup>*s.v.danilov@bk.ru*

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук *М. Л. Лобанов*

## ТЕКСТУРА РЕКРИСТАЛЛИЗАЦИИ В ГЦК-МЕТАЛЛЕ С ВЫСОКОЙ ЭНЕРГИЕЙ ДЕФЕКТА УПАКОВКИ

Исследовано формирование текстурно-структурного состояния технически чистого алюминия после деформации и последующего отжига. В результате деформации по всему сечению образца была сформирована структура, состоящая из вытянутых зерен, характеризующихся наличием ограниченной текстуры, состоящей из компонент: слабой  $\{110\} \langle 001 \rangle$  и сильной  $\{112\} \langle 111 \rangle$ . При рекристаллизации формировались и росли зерна с ориентациями:  $\{112\} \langle 111 \rangle$ ;  $\{100\} \langle 100 \rangle$ ;  $\{112\} \langle 012 \rangle$ . Формирование текстуры рекристаллизации было объяснено подвижностью в ГЦК-металле специальных границ, близких к РСЧ  $\Sigma 25b$ , появлению которой предшествовало образование соответствующих специальных разориентаций между компонентами деформационной текстуры.

*Ключевые слова:* алюминий, деформация, рекристаллизация, текстура, ориентационная микроскопия, специальные границы.

***S. V. Danilov, E. A. Makarova, M. A. Zorina***

## THE TEXTURE OF RECRYSTALLIZATION IN AN FCC METAL WITH HIGH PACKING DEFECT ENERGY

The texture-structural state of technically pure aluminum formation was studied after deformation and subsequent annealing. A result of the forming structure was deformations along the whole sample section. These consisted of elongated grains characterized by the presence of a limited texture containing weak  $\{110\} \langle 001 \rangle$  components and a strong  $\{112\} \langle 111 \rangle$ . During recrystallization, grains with following orientations occurred and grew:  $\{112\} \langle 111 \rangle$ ;  $\{100\} \langle 100 \rangle$ ;  $\{112\} \langle 012 \rangle$ . The formation of recrystallization texture was explained by the mobility in the FCC metal with its special boundaries close to the DCS  $\Sigma 25b$ . This was preceded by the formation of corresponding special misorientations between the deformation texture components.

*Keywords:* aluminium, deformation, recrystallization, texture, EBSD, CSL boundaries.

Основной причиной возникновения текстуры при обработке металлов давлением является деформация в стесненных условиях,

соответствующих определенному напряженному состоянию материала [1–4]. Ориентированное воздействие на металлический материал приводит к деформации всех составляющих его кристаллитов за счет скольжения дислокаций по системам, имеющим максимальную активность, то есть характеризующихся относительно максимальных касательных напряжений наибольшим фактором Шмида [5]. На основании этого положения были построены модели развития текстуры деформации Закса, Тейлора и другие [6]. Данные модели достаточно точно прогнозируют возможные ориентировки текстуры деформации в предельных случаях, но зачастую не могут объяснить наблюдаемые экспериментально соотношения интенсивностей различных компонент текстуры [6].

При отжиге деформированного металла протекают процессы, механизмы и энергетика которых могут существенно отличаться. По этой причине спектр текстур рекристаллизации, наблюдаемых в металлах, значительно сложнее, чем совокупность деформационных ориентировок. Тем не менее, текстура рекристаллизации определяется текстурой деформации, и при этом важным являются кристаллографические аспекты возникновения новых компонент в процессе отжига [3, 6].

Настоящая работа посвящена установлению кристаллографической взаимосвязи ориентировок деформации и рекристаллизации, а также выяснению роли специальных границ в формировании текстуры рекристаллизации в ГЦК-металле с высокой энергией дефекта упаковки.

В качестве модельного материала использовалась проволока из технически чистого алюминия марки АД0 диаметром 4,00 мм, полученная прокаткой в калиброванных валках круглого сечения. Накопленное относительное обжатие составило 90 %. Образцы после деформации были подвергнуты отжигу при температуре 550 °С, в течение 30 минут. Исследование структуры проводилось на растровом электронном микроскопе ZEISS CrossBeam AURIGA при ускоряющем напряжении 20 кВ. Для определения ориентировки отдельных зерен и анализа локальной текстуры использовалась приставка EBSD HKL Inca с системой анализа Oxford Instruments. Шаг сканирования – 0,1 мкм.

Текстурный анализ деформированной алюминиевой проволоки проводили в центральной области образца в продольном сечении. Из карты ориентаций (рис. 1, *a*) видно, что в центральной области в основном преобладают зерна с ориентировкой  $\langle 111 \rangle$  вдоль направления прокатки (НП) и в меньшем количестве – с  $\langle 100 \rangle$  вдоль НП. Прямые полюсные фигуры (ППФ) как в виде проекций полюсов (рис. 2, *з*), так и в виде распределений полюсной плотности (рис. 2, *a*) показывают наличие ограниченных компонент текстуры, а не аксиальных. Хотя в данном случае в результате деформации основные текстурные компоненты и их рассеяние говорит о текстуре близкой к волочению, все-таки, следует говорить о формировании сложной ограниченной текстуры, близкой к



текстуре прокатки, которую можно описать в виде совокупности двух стабильных ориентировок: близкой к  $\{110\} \langle 100 \rangle$  и более рассеянной поворотом вокруг НП, близкой к  $\{112\} \langle 111 \rangle$ , причем вторая имеет существенно большую интенсивность (рис. 2, а, з).

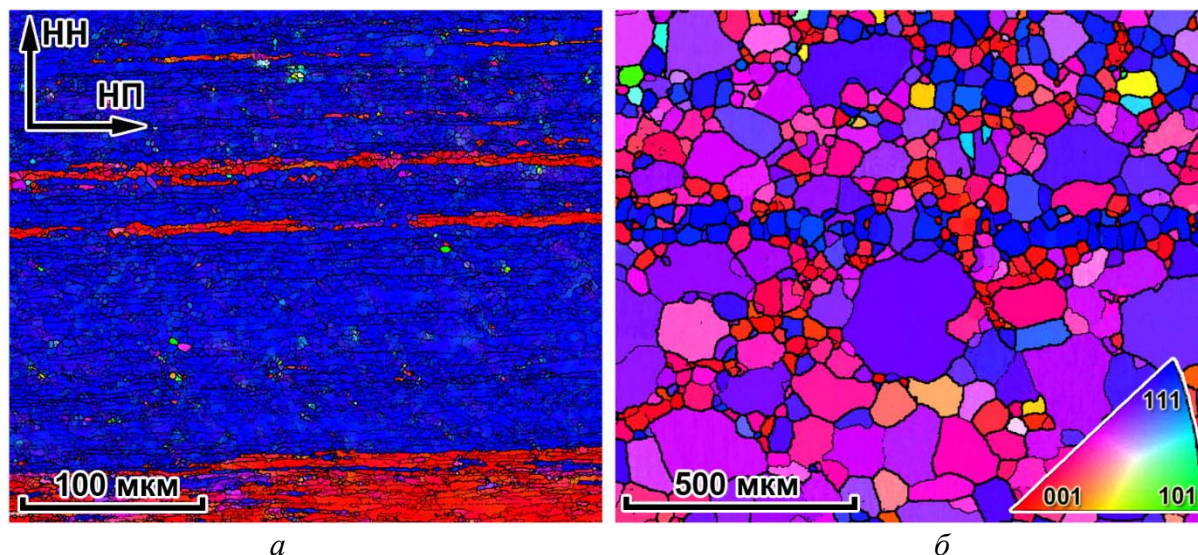


Рис. 1. Микроструктура алюминиевой проволоки после деформации (а) и после отжига (б) в виде ориентационных карт в раскраске с НП

Структурное состояние, сформированное при 550 °С (рис. 1, б), характеризуется наличием полностью рекристаллизованных зерен. Распределение зерен по размеру неоднородно. Более мелкие зерна расположены группами вдоль «старых» деформированных зерен. По-видимому, можно говорить о протекании одновременно процессов первичной (ПР) и собирательной рекристаллизации (СР), характеризующихся существенно различной скоростью перемещения высокоугловых границ зерен [7, 8]. Для более полного анализа текстуры рекристаллизации был проведен анализ ориентировок для отдельных групп зерен, предположительно соответствующих различным стадиям протекания рекристаллизации и были построены соответствующие ППФ (рис. 2, б, в, д, е).

Отметим, что зерна, соответствующие ПР (рис. 1, б; 2, б, д) имеют ориентации близкие к  $\langle 100 \rangle$  и  $\langle 111 \rangle$ , оси которых параллельны НП. Таким образом, в ходе протекания ПР усиливается «слабая» в деформированном состоянии ориентировка  $\{100\} \langle 001 \rangle$ , при этом сохраняется, ослабевая и рассеиваясь, компонента  $\{112\} \langle 111 \rangle$ . Стоит отметить, что ориентировка  $\{100\} \langle 001 \rangle$ , растущая в ходе рекристаллизации, не является точной. Причем, ее отклонение от идеальной не связано с наклоном образца, так как подобного отклонения для ориентации  $\{112\} \langle 111 \rangle$  не наблюдается.

Зерна, относящиеся к СР, имеют ориентации близкие к  $\langle 114 \rangle \dots \langle 112 \rangle$  (рис. 1 б; 2, в, е). Вероятно, зародыши ПР образованные в однородной



деформированной матрице, характеризовались максимальной подвижностью границ. Данные зерна росли в деформированную матрицу до «столкновений» друг с другом быстрее. Зерна, имеющие ориентацию близкую к  $\{012\} \langle 112 \rangle$ , занимают большую часть исследуемой поверхности шлифа, за счет своего линейного размера, что делает эту компоненту преобладающей в текстурном состоянии рекристаллизованного образца.

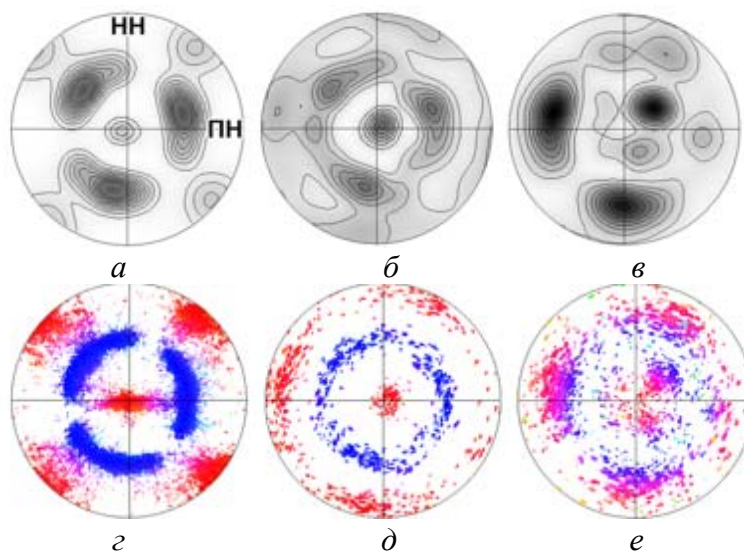


Рис. 2. Текстура алюминиевой проволоки после деформации (а, г) и после отжига (б, в, д, е) в виде ППФ  $\{100\}$ : а, б, в – распределения полюсной плотности; г, д, е – проекций полюсов в раскраске с НП: б, д – для зерен, соответствующих ПР; в, е – для зерен, соответствующих СР

Зарождению и росту рекристаллизованных зерен с ориентацией отличной от ориентации деформации должно соответствовать движение границы, обеспечивающее наиболее простой («энергетически выгодный») поворот ориентировки деформации к ориентировке рекристаллизации. В связи с данным предположением, согласно литературным данным и наблюдением за эволюцией РСУ границ в ходе рекристаллизации, было выдвинуто предположение, что наиболее простым поворотом от  $\langle 111 \rangle$  к  $\langle 100 \rangle$  является переориентация кристаллической решетки близкая к разориентации РСУ  $\Sigma 25b$  (угол поворота  $51,68^\circ$ , ось поворота  $[331]$ ) в соответствии с [9]. Что также видно на рисунке 3, граница между двумя деформированными зернами состоит из участков близких к специальным границам двух типов  $\Sigma 25b$  и  $\Sigma 45c$  (угол поворота  $53,13^\circ$ , ось поворота  $[221]$  [9]). Наличие участков двух типов специальных границ, в данном случае, является следствием развитой мезоструктуры в зерне с ориентировкой близкой к  $(100) [001]$ . Подобное формирование текстуры может быть объяснено высокой подвижностью специальных границ близких к РСУ  $\Sigma 25b$ , или подобных ей ( $\Sigma 45c$ ), которые возникают между основными компонентами текстуры деформации.

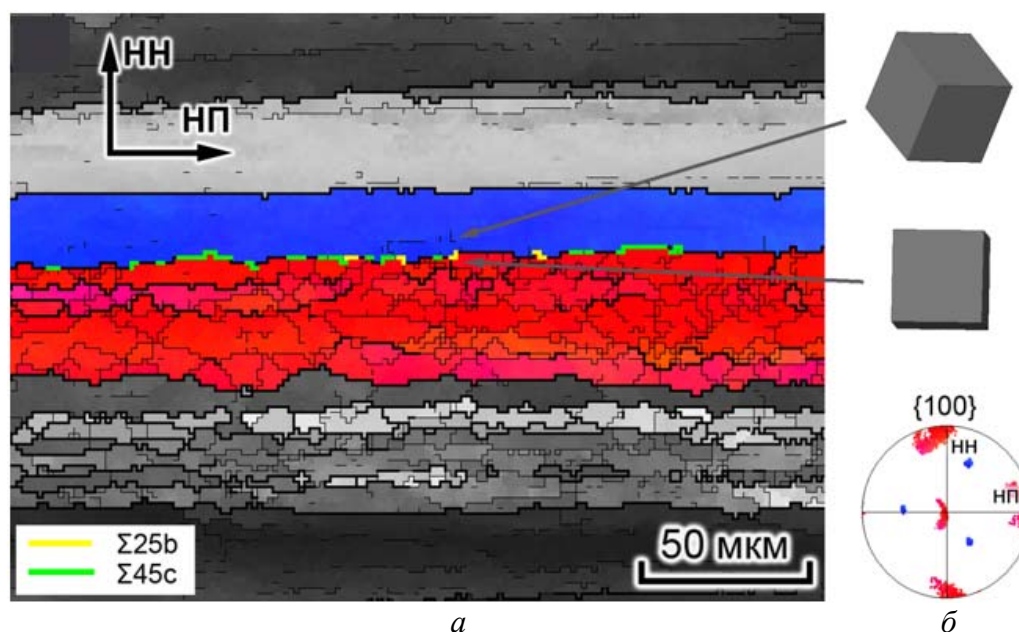


Рис. 3. Ориентационная карта (а) центрального слоя алюминия после деформации с нанесенными специальными границами и ППФ {100} (б) выделенной области

*Работа выполнена в рамках гранта РФФИ (№ 16-32-00030 мол\_а).*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Вишняков Я. Д. Теория образования текстур в материалах и сплавах / Я. Д. Вишняков, А. А. Бабарэко, И. В. Эгиз. Москва : Наука, 1979. 343 с.
2. Штремель М. А. Прочность сплавов: учеб. для вузов. Часть II: Деформация / М. А. Штремель Москва : МИСиС, 1997. 527 с.
3. Взаимосвязь кристаллографических ориентировок зерен при горячей деформации и рекристаллизации в алюминиевом сплаве АМг6 / Г. М. Русаков [и др.] // МиТОМ. 2014. № 12. С. 15–21.
4. О возможности формирования областей с ориентацией  $\{110\} \langle 001 \rangle$  в процессе холодной деформации технического сплава Fe-3% Si / Г. М. Русаков [и др.] // ФММ. 2006. Т. 101, № 6. С. 653–659.
5. Schmid E. Neuere Untersuchungen an Metallkristallen / E. Schmid // Proceedings of the International Congress on Applied Mechanics. 1924. P 342–353.
6. Humphreys, F. J. Recrystallization and Related Annealing Phenomena / F. J. Humphreys, M. Hatherly. Oxford: ELSEVIER Ltd, 2004. 574 p.
7. Ferry M. Discontinuous subgrain growth in deformed and annealed  $\{110\} \langle 001 \rangle$  aluminium single crystals / M. Ferry, F. J. Humphreys // Acta Materialia. 1996. V. 44. P. 1293–1308.
8. Effect of primary recrystallization texture on abnormal grain growth in an aluminum alloy / H.-C. Kim [et al.] // Scripta Materialia. 2007. V. 57. P. 325–327.
9. Кайбышев О. А. Границы зерен и свойства металлов. / О. А. Кайбышев, Р. З. Валиев. Москва : Металлургия, 1987. 213 с.

УДК 669.14-176; 669.017.3

**Л. О. Ведерникова<sup>\*</sup>, Е. А. Макарова, С. В. Данилов, В. И. Пастухов**

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

<sup>\*</sup>lory\_26@mail.ru

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук М. Л. Лобанов

## ТЕКСТУРНАЯ НАСЛЕДСТВЕННОСТЬ В ПРОЦЕССЕ ПРОИЗВОДСТВА БЕСШОВНЫХ ТРУБ ИЗ НЕРЖАВЕЮЩЕЙ МАРТЕНСИТНОЙ СТАЛИ

Методом ориентационной микроскопии (EBSD) исследованы особенности формирования структурно-текстурного состояния в бесшовных трубах из высокохромистой стали мартенситного класса после горячей деформации и последующей закалки с высоким отпуском. Показано, что мартенситная структура, сформированная как после горячей деформации, так и после закалки с отпуском характеризуется наличием выраженной ограниченной кристаллографической текстуры, предопределенной деформационной текстурой аустенита.

*Ключевые слова:* нержавеющие трубные стали, горячая прокатка, закалка, отпуск, мартенсит, текстура, ориентационная микроскопия.

**L. O. Vedernikova, E. A. Makarova, S. V. Danilov, V. I. Pastukhov**

## TEXTURAL HEREDITY IN THE PRODUCTION PROCESS OF SEAMLESS TUBES FROM STAINLESS MARTENSITIC STEEL

Formation features of structural-texture state were studied with orientational microscopy method (EBSD). These formation features were in seamless pipes from high-chromium martensitic class steels after hot deformation and subsequent hardening with high tempering. It is shown, that the formed martensitic structure both after hot deformation and after quenching with tempering is characterized by the presence of a pronounced limited crystallographic texture predetermined with deformation texture of the austenite.

*Keywords:* stainless steel tubes, hot deformation, quenching, tempering, martensite, texture, EBSD.

Освоение нефте- и газовых месторождений в прибрежных зонах и открытом море, где возможно одновременное воздействие на эксплуатируемые материалы морской воды и углекислого газа предполагает использование труб из высокохромистых коррозионно-стойких сталей типа «13Cr» и «супер-хром» [1–3]. Высокое легирование данного класса материалов обеспечивает в изделии при деформации и термических обработках дисперсную, преимущественно мартенситную, структуру,

дополнительно упрочненную карбидными фазами, с уникальным комплексом химических и механических свойств [4–7].

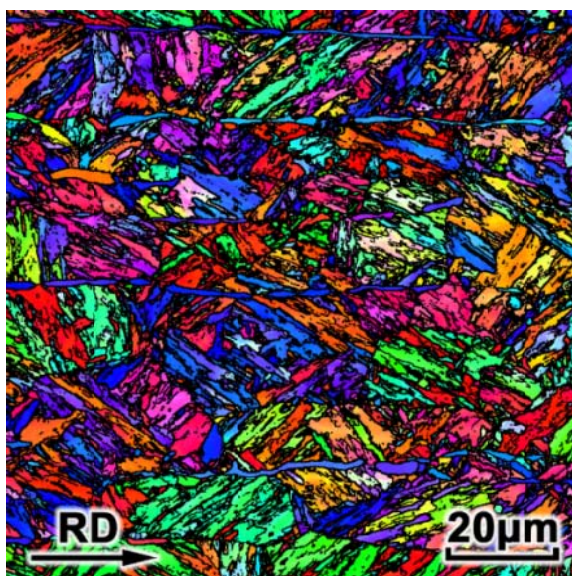
Целью данной работы являлось исследование особенностей формирования структуры бесшовных труб из высокохромистой стали мартенситного класса на промышленных стадиях изготовления изделия: горячей деформации и закалки с высоким отпуском для дальнейшей оптимизации технологии производства изделий.

В качестве объекта исследования использовали образцы размером  $130 \times 70 \times 6$  мм, отобранные от бесшовных горячедеформированных труб, изготовленных из низкоуглеродистой стали марки 10X13H3МФБ. После горячей прокатки (ГП) образцы подвергали закалке при температуре  $960 \pm 5$  °С, с выдержкой 15 минут и последующим охлаждением на воздухе, затем отпуску при температуре  $620 \pm 5$  °С в течение 45 минут. Металлографические шлифы приготавливались с плоскости RD–ND (где RD – направление прокатки при ГП, ND – направление нормали к образующей трубы). Электронно-микроскопические исследования текстурно-структурного состояния проводились на растровом микроскопе ZEISS CrossBeam AURIGA при ускоряющем напряжении 20 кВ. Для определения ориентировки отдельных зерен и анализа локальной текстуры использовалась приставка EBSD HKL Inca с системой анализа Oxford Instruments.

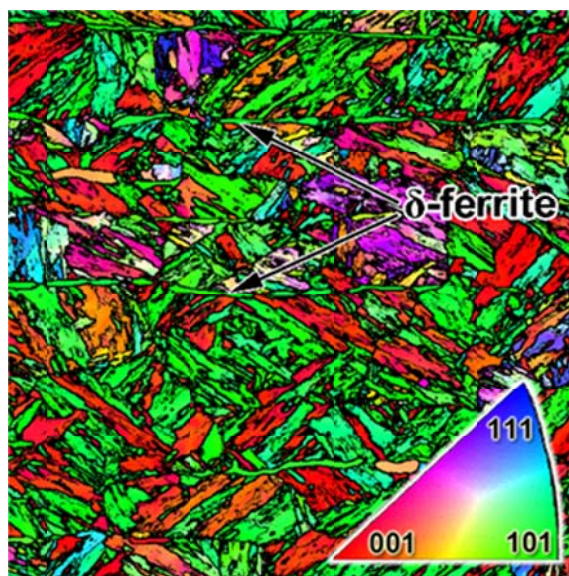
Микроструктура образцов как после ГП, так и после ТО (рис.) преимущественно состояла из мартенситных пакетов. Размер пакетов для всех случаев сопоставим с величиной деформированных (вытянутых параллельно RD) при ГП зерен аустенита. По границам исходных деформированных  $\gamma$ -зерен наблюдались вытянутые зерна  $\alpha$ -фазы ( $\delta$ -феррит). Дисперсность пластин в мартенситных пакетах после ТО заметно увеличивалась, вытянутые зерна  $\alpha$ -фазы не фиксировались (рис. в, г).

После всех обработок полученные мартенситные структуры характеризовались наличием выраженной кристаллографической текстуры, состоящей из рассеянных ориентировок:  $\{001\} \langle 110 \rangle$ ,  $\{013\} \langle 100 \rangle$ ,  $\{011\} \langle 110 \rangle$ ,  $\{11\bar{k}\} \langle 110 \rangle$ ,  $\{110\} \langle 110 \rangle$ . В локальных областях интенсивность отдельных ориентировок могла достаточно сильно варьироваться. Однако в целом спектр мартенситных ориентировок оставался одним и тем же. Согласно [8] данный спектр соответствовал ориентировкам  $\alpha$ -фазы, полученной в результате сдвигового фазового превращения из стабильных ориентировок деформированного аустенита [9, 10] в соответствии с ориентационными соотношениями (ОС) промежуточными между ОС Курдюмова–Закса и Нишиямы–Вассермана. Распределения межкристаллитных и специальных границ (рис. д, е) в точности соответствуют спектрам специальных ориентаций, возникающих при сдвиговом  $\gamma \rightarrow \alpha$ -превращении согласно [8].

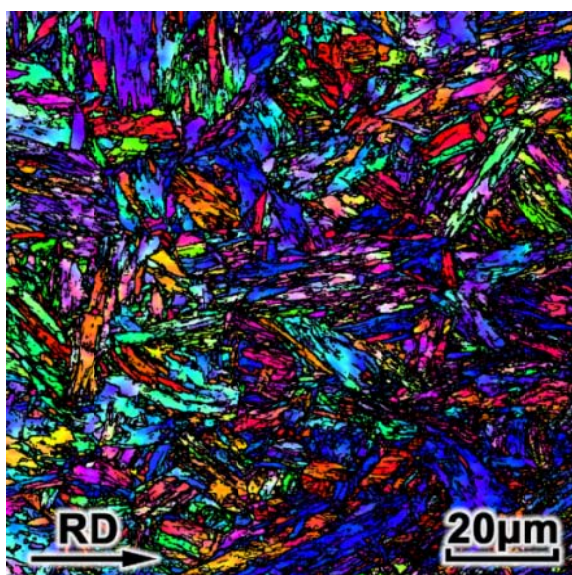




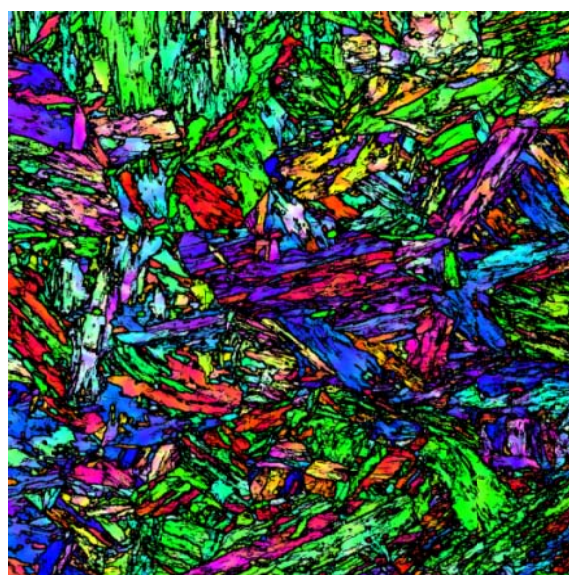
*a*



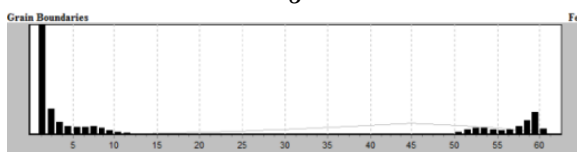
*б*



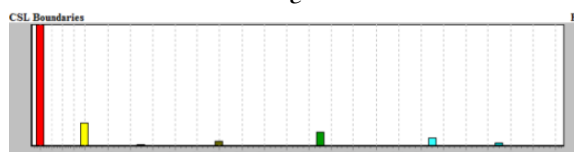
*в*



*г*



*д*



*е*

Рис. Микроструктура и текстура стали 10X13H3MF после горячей прокатки (*a, б*) и последующей закалки с отпуском (*в, г*) в виде ориентационных карт (EBSD):  
*a, в* – ориентационные карты в расцветке с направления нормального к образующей трубы (ND);  
*б, г* – ориентационные карты в расцветке с направления прокатки (RD);  
*д* – распределение межкристаллитных границ по углам разориентации;  
*е* – распределение специальных границ

Применяемая методика ориентационной микроскопии (EBSD) позволила выделить в образцах после ГП  $\delta$ -феррит (рис. *a, б*) и проанализировать его текстуру. Ориентировки феррита  $\{001\} \langle 110 \rangle$ ,  $\{11k\} \langle 110 \rangle$ , сформировавшегося при ГП, являются стабильными

деформационными ориентировками ОЦК-решетки [9, 11]. Следует отметить, что с учетом кристаллогеометрических характеристик  $\delta$ -феррита (ориентировки, форма и размеры зерен), он является своего рода «макродефектом», нуждающимся в устранении за счет ТО. По кристаллографическим плоскостям  $\{001\}$  его вытянутых зерен беспрепятственно будет происходить развитие трещин при разрушении изделия [10, 12].

Важно подчеркнуть, что ориентировки мартенсита после ГП и после ТО совпадают. Последнее предполагает реализацию в материале текстурной наследственности – основные компоненты текстуры аустенита трансформируются в дискретный набор ориентировок мартенсита при охлаждении после ГП. При последующем нагреве ориентировки мартенсита трансформируются в текстуру аустенита, совпадающую с текстурой  $\gamma$ -фазы при ГП. Закалка восстановленного аустенита приводит вновь к формированию мартенсита с присущим ему набором компонент текстуры. Подобный механизм эволюции текстуры при фазовых превращениях [13] предполагает наличие в структуре материала после ГП неких факторов, ответственных за наследственность. Согласно [10, 14] подобным фактором могут служить сформированные при горячей деформации специальные границы  $\Sigma 3$  и  $\Sigma 11$  между деформированными аустенитными зернами.

*Работа выполнена с использованием оборудования лаборатории «Структурных методов анализа и свойств материалов и наноматериалов» ЦКП УрФУ. Авторы благодарят ПАО «ТМК» за поддержку и содействие в организации исследования.*

## ЛИТЕРАТУРА

1. Development of high chromium stainless line pipe / H. Asahi [et al.] // Nippon Steel Technical Report. 1997. P. 53 – 58.
2. Gooch T. G. Heat treatment of welded 13%Cr-4%Ni martensitic stainless steels for sour service / T. G. Gooch // Welding Journal. 1995. V. 74. P. 213s – 223s.
3. Rhodes P. R. Environment-assisted cracking of corrosion-resistant alloys in oil and gas production environments: A review / P. R. Rhodes // Corrosion. 2001. V. 57. P. 923 – 966.
4. Lo K. H. Recent developments in stainless steels / K. H. Lo, C. H. Shek, J. K. L. Lai // Materials Science and Engineering R: Reports. 2009. V. 65. P. 39 – 104.
5. Механическое поведение и хрупко-вязкий переход в высокохромистой мартенситной стали / М. В. Однобокова [и др.] // ФММ. 2016. Т. 117, № 4. С. 404 – 413.

6. Song Y. Y. Microstructural evolution and low temperature impact toughness of a Fe-13%Cr-4%Ni-Mo martensitic stainless steel / Y. Y. Song [et al.] // Materials Science and Engineering A. 2010. V. 527. P. 614 – 618.
7. Akhmed'yanov A. M. Hot deformation of martensitic and supermartensitic stainless steels / A. M. Akhmed'yanov, S. V. Rushchits, M. A. Smirnov // International Conference on Industrial Engineering-2016, Materials Science Forum. 2016. V. 870. P. 259 – 264.
8. Лобанов М. Л. Исследование специальных разориентаций в реечном мартенсите низкоуглеродистой стали методом ориентационной микроскопии / М. Л. Лобанов [и др.] // ФММ. 2016. Т. 117, № 3. С. 266 – 271.
9. Hölscher M. Relationship Between Rolling Textures and Shear Textures in F.C.C. And B.C.C. Metals / M. Hölscher, D. Raabe, K. Lücke // Acta metall. 1994. V. 42, № 3. P. 879 – 886.
10. Влияние кристаллографической текстуры бейнита на разрушение листов трубных сталей, полученных контролируемой термомеханической обработкой / И. Ю. Пышминцев [и др.] // Металлург. 2016. № 4. С. 57 – 63.
11. Русаков Г. М. Модель переориентации монокристаллов с ОЦК-решеткой при холодной прокатке / Русаков Г. М. [и др.] // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. 2010. № 3. С. 34–40.
12. Данилов С. В. Причина формирования расщеплений при разрушении трубных сталей, изготовленных методом ТМСП / С. В. Данилов, Е. Р. Струина, М. Д. Бородина // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. 2017. Т. 60, № 3. С. 247 – 249.
13. Pyshmintsev I. U. Evolution of the texture of low-carbon microalloyed pipe steel in the seamless pipe manufacturing process / I. U. Pyshmintsev [et al.] // 10th International Conference on Mechanics, Resource and Diagnostics of Materials and Structures, MRDMS 2016. AIP Conference Proceedings. 2016. V. 1785. P. 040053.
14. Структурная и текстурная наследственность при  $\gamma \leftrightarrow \alpha$ -превращениях в малоуглеродистой низколегированной трубной стали / М. Л. Лобанов [и др.] // Вестник ЮУрГУ. Серия «Металлургия». 2016. Т. 16, № 2. С. 46 – 54.

## СЕКЦИЯ 5. СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И КОМПЬЮТЕРНОГО МОДЕЛИРОВАНИЯ В МЕТАЛЛОВЕДЕНИИ

УДК 669 245

***А. Ф. Гибадуллина\*, А. Ю. Жиялков, В. А. Хотинов, И. Б. Половов***

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

*\*Gibadullina.A@gmail.com,*

Научный руководитель – проф., д-р хим. наук *О. И. Ребрин*

### ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ И МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВОВ HASTELLOY G-35 И N06035

Исследована структура и состав сплавов Hastelloy G-35 от Haynes Inc. и аналог N06035 от Zhejiang Jiuli Hi-Tech Metals Co. Определены механические свойства сплавов в состоянии поставки. Построена диаграмма «температура–время–сенсibilизация» до 1000 ч.

*Ключевые слова:* никелевый сплав, диаграмма «температура–время–сенсibilизация», механические свойства.

***A. F. Gibadullina, A. Yu. Zhilyakov, V. A. Khotinov, I. B. Polovov***

### STRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF NICKEL-BASED SUPERALLOYS HASTELLOY G-35 AND N06035

Nickel-based superalloys Hastelloy G-35 (Haynes Inc.) and N06035 (Zhejiang Jiuli Hi-Tech Metals Co) were studied. The mechanical properties of alloys are determined. The TTP- diagrams are constructed.

*Keywords:* nickel alloy, Hastelloy G-35, TTP-diagram, mechanical properties.

Без материалов на основе никеля сложно представить многие отрасли промышленности: с жаропрочными сплавами связано развитие газотурбинных двигателей, коррозионностойкие отлично служат в качестве конструкционных материалов при контакте, например, с расплавами солей. Выплавкой композиций таких сплавов под различными торговыми марками занимаются многие известные производители, такие как Haynes Inc., VDM Metals, Special Metals. Интерес вызывало сравнение сплава Hastelloy G-35 от Haynes Inc. (США) и его аналога N06035, изготовленного Zhejiang Jiuli Hi-Tech Metals Co. (Китай).

Исследования проводились для образцов сортаментов «лист» и «труба». Толщина материала Hastelloy G-35 составляет 4.9 мм для сортамента «лист», 3.8 мм – для сортамента «труба», для N06035 – 5 мм и



2.7 мм, соответственно. Оба материала, относящиеся к классу коррозионно-стойких, разработаны на основы системы никель–хром–молибден, причём содержание хрома повышено. Структурой исследуемых материалов является гамма-твёрдый никелевый раствор с присутствием некоторого количества интерметаллидов и неметаллических включений. Предположительно, включения не перешли в шлак с раскислителем и образовались в слитке на стадии выплавки, а интерметаллиды образовались в процессе кристаллизации. Структура сплавов в состоянии поставки представлена на рис. 1 для Hastelloy G-35 и рис. 2 для N06035.

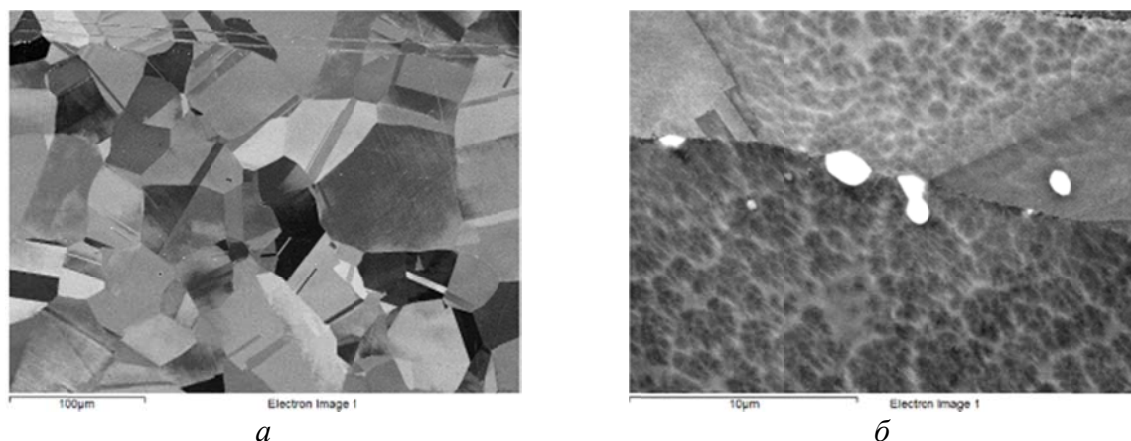


Рис. 1. Микроструктура сплава Hastelloy G35 сортамента «труба» в состоянии поставки при различных увеличениях

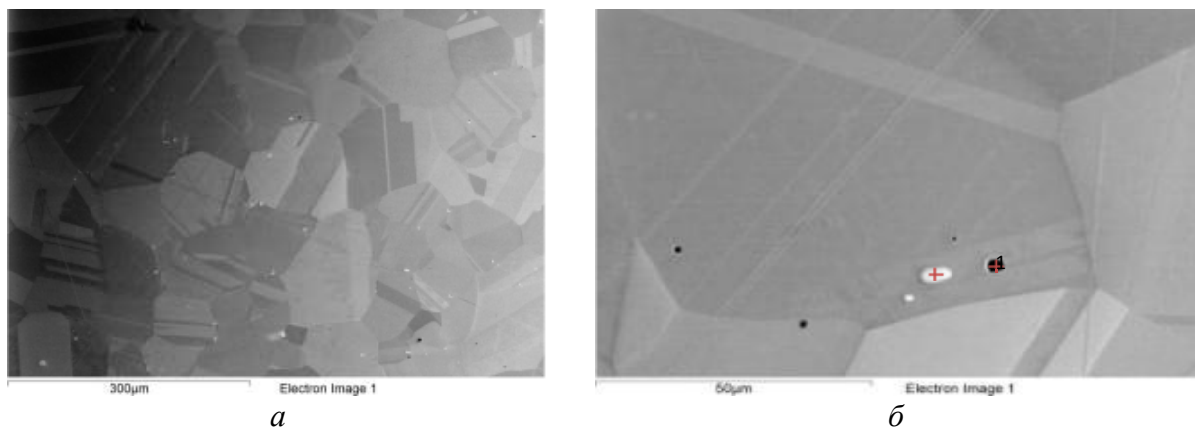


Рис. 2. Микроструктура сплава N06035 сортамента «лист» в состоянии поставки при различных увеличениях

Химический состав сплава Hastelloy G-35, представленный в Таблице 1, близок к заявленному производителем и соответствует требованиям стандартов ASTM B 575–06 [1] для сортамента «лист» и ASTM B 622–06 [2] для сортамента «труба». При анализе полученных данных необходимо учитывать, что состав сплавов может изменяться в зависимости от партии, а также качества выплавки и термической обработки сплава.

Таблица 1

Состав сплава Hastelloy G-35 согласно данным производителя и РФСА

Элемент	Ni	Cr	Mo	Fe	Mn	Al	Si	C
Данные производителя	осн.	33	8	≤ 2	≤ 0.5	≤ 0.4	≤ 0.6	≤ 0.05
Сортамент «труба»	56.2	33.7	8.6	1.2	–	0.2	0.2	–
Сортамент «лист»	57.4	33.7	8.0	0.5	–	0.3	0.3	–

Данные по химическому составу для никелевого сплава N06035 представлены в табл. 2, вышеуказанным стандартам соответствует только сортамент «труба».

Таблица 2

Состав сплава N06035 согласно данным производителя и РФСА

Элемент	Ni	Cr	Mo	Fe	P	Mn	Al	Co	Si	C	S	W
Данные производителя («лист»)	осн.	33.9	8.35	0.19	0.003	0.33	0.21	0.4	0.08	0.01	0.001	0.56
Сортамент «лист»	55.1	35.0	8.3	0.2	-	-	0.2	0.3	-	-	-	0.9
Данные производителя («труба»)	осн.	34.2	8.23	0.16	0.005	0.32	0.15	0.5	0.08	0.01	0.001	0.55
Сортамент «труба»	55.7	34.8	8.0	0.1	-	-	-	0.5	-	-	-	0.9

Для исследуемых материалов была построена диаграмма «температура–время–сенсibilизация» (рис. 3, 4), дающая наглядно оценивать фазовый состав исследуемых материалов. Построение диаграммы происходило на основании металлографического анализа образцов сортамента «лист», состаренных при различных температурах от 15 минут до 1000 часов, с помощью просвечивающей электронной микроскопии образцов, позволяющей однозначно судить о выделении избыточных фаз. На саму диаграмму были нанесены экспериментальные точки, там, где зафиксированы выделения вторых фаз в коагулированном виде, точки обозначены серым цветом, цепочечные выделения вдоль границ зерен – чёрным.

Установлено, что при температуре 650 °С через 1000 часов в Hastelloy G-35 по границам начинают выделяться избыточные фазы, сплав теряет пластичность. Повышение температуры на 50 °С сокращает критическое время в 4 раза (до 128 часов). Для аналога – материала N06035 – критическое время пребывания при температуре 600–650 °С

аналогично данным для Hastelloy G-35. Но при более высоких температурах и меньших временах выдержки Hastelloy G-35 показывает большую стабильность, что позволит в дальнейшем реализовать процесс термической обработки, заключающийся в полном растворении избыточных фаз, для N06035 такой процесс невозможен.

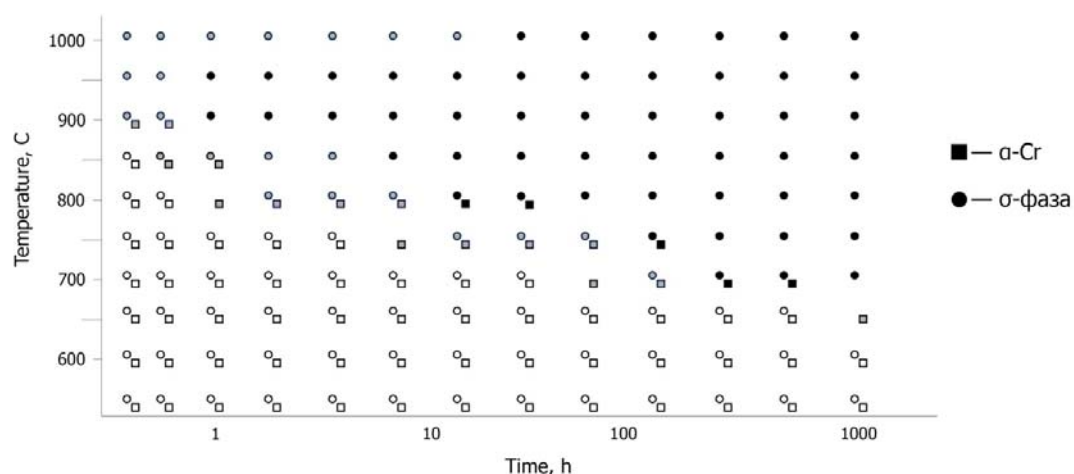


Рис. 3. Диаграмма «температура–время–сенсibilизация» сплава Hastelloy G-35 сортамента «лист»

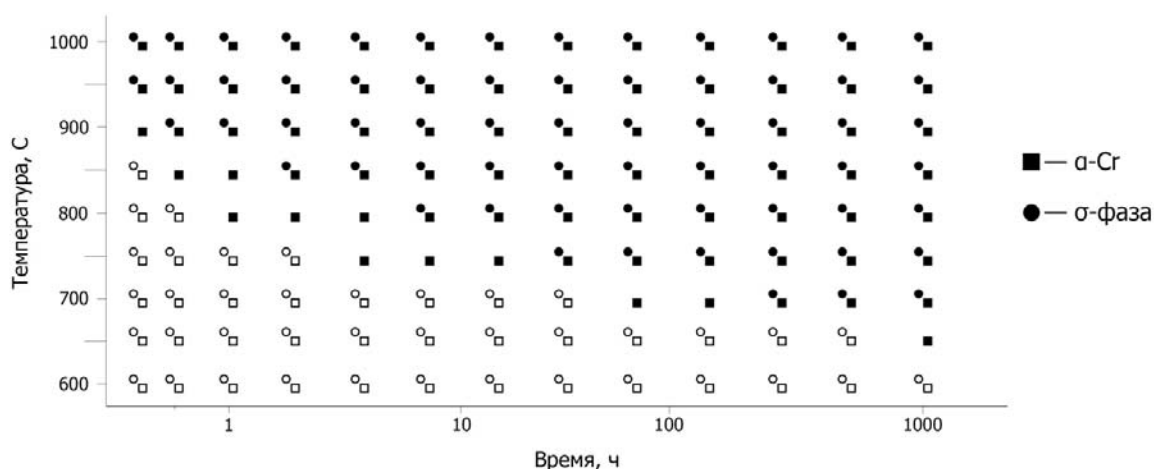


Рис. 4. Диаграмма «температура–время–сенсibilизация» сплава N06035 сортамента «лист»

Нами определены механические свойства обоих исследуемых материалов в состоянии поставки для сортамента «лист». Для проведения испытаний на растяжение на разрывной машине Instron 3382 были отобраны пропорциональные плоские образцы в соответствии с ГОСТ 1497–84 [3]. Механические свойства сплава UNS N060354 в состоянии поставки практически сравнимы со свойствами Hastelloy G-35, однако необходимо отметить меньшую прочность материала и худшую пластичность. В специальной серии экспериментов определены прочностные и

пластические свойства материала при долговременной выдержке при 600 и 650 °С, тем самым, моделируя прогнозный ресурс сплавов. Длительная высокотемпературная выдержка приводит к ожидаемому ухудшению свойств материала, следствием которого является образование сигма-фазы и альфа-хрома по границам зерен.

Таблица 3

Механические свойства сплавов Hastelloy G-35 и N06035

Материал	$\sigma_{0,2}$ , МПа	$\sigma_b$ , МПа	$\delta$ , %	$\psi$ , %
Hastelloy G-35, состояние поставки	445	806	56	55
N060354, состояние поставки	415	736	48	57
N060354, 650 °С, 512 ч	399	728	49	52
Hastelloy G-35, 650 °С, 512 ч	371	714	46	61
N060354, 650 °С, 1024 ч	410	735	45	44
Hastelloy G-35, 650 °С, 1024 ч	372	696	47	48
N060354, 600 °С, 512 ч	403	735	49	57
Hastelloy G-35, 600 °С, 512 ч	362	705	49	64
N060354, 600 °С, 1024 ч	410	723	48	59
Hastelloy G-35, 600 °С, 1024 ч	372	705	51	63

Таким образом, сравнение структуры и свойств исследуемых материалов показало, что сплав Hastelloy G-35 имеет более удовлетворительные механические характеристики и фазовую стабильность при высокотемпературном воздействии, его химический состав соответствует требованиям стандартов, в отличие от материала N06035.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. ASTM B575 – 06. Standard Specification for Low-Carbon Nickel-Chromium-Molybdenum, Low-Carbon Nickel-Chromium-Molybdenum-Copper, Low-Carbon Nickel-Chromium-Molybdenum-Tantalum, and Low-Carbon Nickel-Chromium-Molybdenum-Tungsten Alloy Plate, Sheet, and Strip. 4 с.
2. ASTM B 622 – 06. Standard Specification for Seamless Nickel and Nickel-Cobalt Alloy Pipe and Tube. 6 с.
3. ГОСТ 1497–84. Металлы. Методы испытаний на растяжение. 35 с.

***Е. А. Яшина<sup>1\*</sup>, А. А. Зисман<sup>1,2</sup>, С. Н. Петров<sup>1,2</sup>, Н. Ю. Золоторевский<sup>2</sup>***

<sup>1</sup>НИИ «Курчатовский институт» – ЦНИИ КМ «Прометей», г. Санкт-Петербург

<sup>2</sup>Санкт-Петербургский политехнический университет Петра Великого, г. Санкт-Петербург

\* *Npk3@crism.ru*

## **ВЫЯВЛЕНИЕ КРИСТАЛЛОГРАФИЧЕСКИХ ОСОБЕННОСТЕЙ БЕЙНИТНО-МАРТЕНСИТНЫХ СТРУКТУР В ЗАВИСИМОСТИ ОТ УСЛОВИЙ ЗАКАЛКИ МЕТОДАМИ EBSD-АНАЛИЗА**

Методом EBSD-анализа исследовали влияние температуры закалки на кристаллографические особенности бейнитно-мартенситной структуры образцов из высокопрочной низкоуглеродистой стали. Показано, что закалка с более высокой температуры снижает долю большеугловых границ, но практически не меняет спектр межвариантных разориентировок. В то же время этот спектр заметно изменяется с повышением скорости охлаждения, что обусловлено ростом доли мартенситной составляющей.

*Ключевые слова:* EBSD, кристаллографические особенности, бейнитно-мартенситная структура, межвариантные разориентировки, закалка.

***E. A. Yashina, A. A. Zisman, S. N. Petrov, N. Yu. Zolotorevsky***

## **INVESTIGATION OF CRYSTALLOGRAPHIC FEATURES IN BAINITE- MARTENSITE STRUCTURES AFTER DIFFERENT QUENCHING CONDITIONS BY MEANS OF EBSD-ANALYSIS**

The influence of quenching temperature on crystallographic features in bainite-martensite structure of high strength low alloyed steel is under research. Higher quenching temperature decreases high-angle boundaries fraction whereas intervariant misorientations distribution are invariable. At the same time the intervariant misorientations distribution alters significantly at increasing cooling rate due to martensite fraction increase.

*Keywords:* EBSD, crystallographic features, bainite-martensite structure, intervariant misorientations, quenching.

Ориентационное соотношение (ОС) в превращенной структуре реализуется в виде определенного набора вариантов  $V_i$  ( $i = 1, 2...24$ ) ориентации кристаллов  $\alpha$ -фазы по отношению к исходному аустениту, который еще называют спектром межвариантных разориентировок. С изобретением EBSD-метода появилась возможность анализировать разориентировки на границах структурных элементов и строить их

частотные спектры [1]. Такой анализ имеет безусловно и практическую значимость, поскольку вид подобных спектров позволяет надежно идентифицировать разновидности бейнита и мартенсита, а также определять их относительное содержание [2].

Это особенно актуально, т. к. традиционная металлография не всегда позволяет количественно оценивать фазовый состав мартенситно-бейнитных сталей. Используя объективность и высокую чувствительность EBSD-анализа к структурному состоянию, в настоящей работе исследуется влияние температуры закалки и скорости охлаждения на фазовый состав превращенной структуры мартенситно-бейнитных сталей.

Образцы длиной 10 мм и диаметром 5 мм, вырезанные из промышленного проката из высокопрочной низкоуглеродистой стали, подвергались закалке на dilatометре DIL805 A/D. Образцы нагревали до разных температур (910 и 960 °C), выдерживали 15 мин, далее проводилось охлаждение со скоростями 5 и 50 °C/с. Металлографический анализ шлифов осуществляли на оптическом микроскопе Meiji Techno. Ориентационные карты структуры анализировали методом EBSD с шагом 0,1 мкм на сканирующем электронном микроскопе Quanta 200 3D FEG.

Согласно dilatометрическим диаграммам, повышение скорости охлаждения с 5 до 50 °C/с понижает температуру начала превращения от 460 до 410 °C (табл.), что указывает на увеличение доли низкотемпературной составляющей (мартенсита или нижнего бейнита). Менее значительное снижение температуры начала превращения с 410 до 395 °C также наблюдается при повышении температуры нагрева от 910 до 960 °C. Критические точки определяли по dilatометрическим кривым методом отрыва от касательных.

Таблица

Режимы закалки и критические точки

Режим	Температура закалки, °C / скорость охлаждения, °C/с	Температура начала и конца превращения, °C
A15	910 / 5	460–250
A150	910 / 50	410–220
A650	960 / 50	395–205

По данным оптической микроскопии (рис. 1) повышение температуры закалки с 910 до 960 °C вызывает заметный рост аустенитного зерна; кроме того, повышение скорости охлаждения изменяет соотношение типов бейнита с разной морфологией, но не влияет на дисперсность структуры.

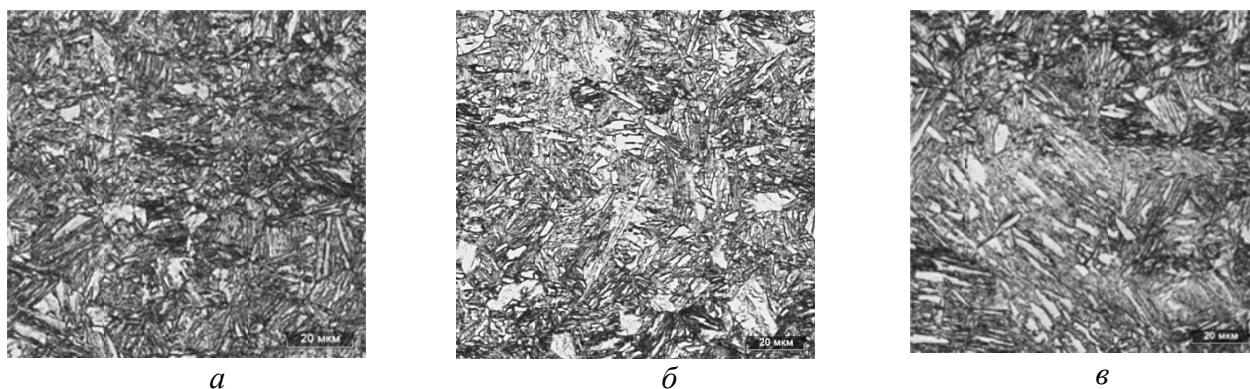


Рис. 1. Микроструктура образцов: *а* – A15, *б* – A150, *в* – A650

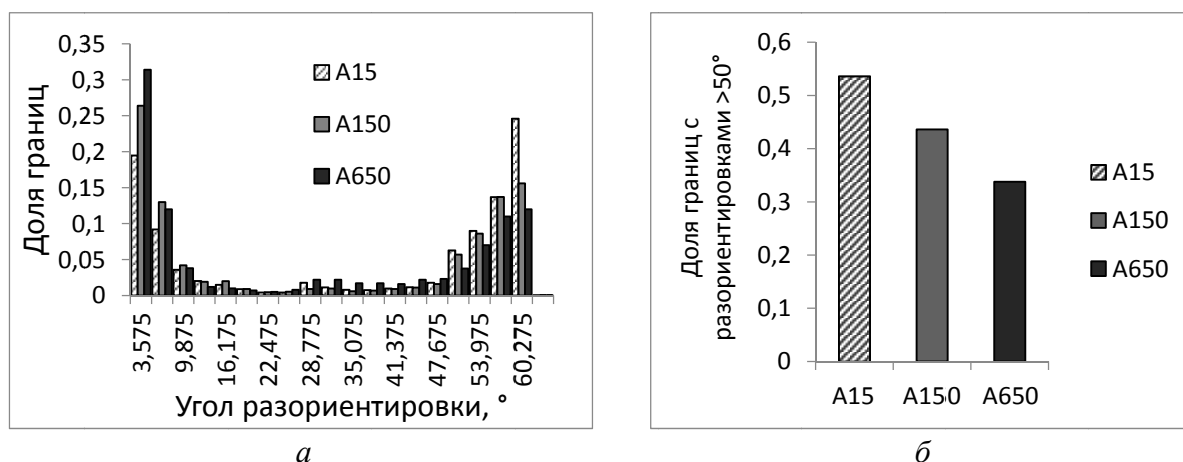


Рис. 2. Распределения по углу разориентировки (*а*) и доля границ с разориентировками более 50° (*б*) в образцах высокопрочной стали

На рис. 2 приведены распределения разориентировок, соответствующие режимам таблицы. Максимальное количество большеугловых границ характерно для закалки от 910 °С со скоростью охлаждения 5 °С/с (режим A15), наименьшее – для закалки от 960 °С со скоростью охлаждения 50 °С/с (режим A650). Таким образом, как повышение температуры нагрева, так и увеличение скорости охлаждения приводят к уменьшению доли большеугловых границ в структуре, причем повышение скорости охлаждения с 5 до 50 °С/с понижает долю границ с разориентировками более 50° на 10 %, а одновременное повышение скорости охлаждения и температуры нагрева под закалку на 50 °С приводит к уменьшению доли границ с разориентировками более 50° на 20 %.

На рис. 3 приведены результаты EBSD-анализа в виде спектров межвариантных разориентировок, о формировании которых подробно написано в работе [3]. Эти спектры построены для ориентационного соотношения, которое было предварительно определено методом [4]. Соответствие спектров тем или иным разновидностям бейнита определяли согласно [5].

Для режима A15 получен спектр, характерный преимущественно для низкотемпературного бейнита (явно выраженные пики межвариантных разориентировок V1/V2, V1/V4, V1/V8). Увеличение скорости охлаждения (режим A150) приводит к значительному изменению вида спектра: уменьшается доля V1/V2 и наблюдается рост V1/V4 и V1/V8. Подобный спектр соответствует преимущественно мартенситной структуре. Интересно, что повышение температуры нагрева (режим A650) не оказывает существенного влияния на межвариантные разориентировки: наблюдается некоторое понижение доли V2/V1 при слабом увеличении доли V1/V8. Последняя отражает переход от реечного мартенсита к более высокотемпературным структурам, например, нижнему бейниту.

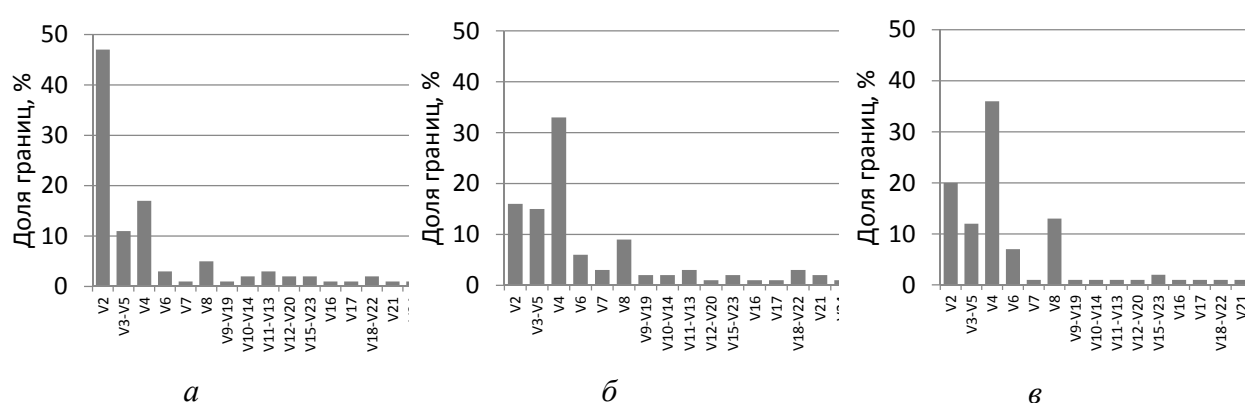


Рис. 3. Спектры межвариантных разориентировок для режимов:  
а – A15, б – A150, в – A650

Выводы, полученные по результатам анализа спектров межвариантных разориентировок, подтверждаются независимым методом, основанным на использовании стандартной EBSD-функции GAM [2]. Согласно этому методу, для режима A15 в структуре присутствует 58 % мартенсита, для режимов A150 и A650 – по 86 % мартенсита (рис. 4).

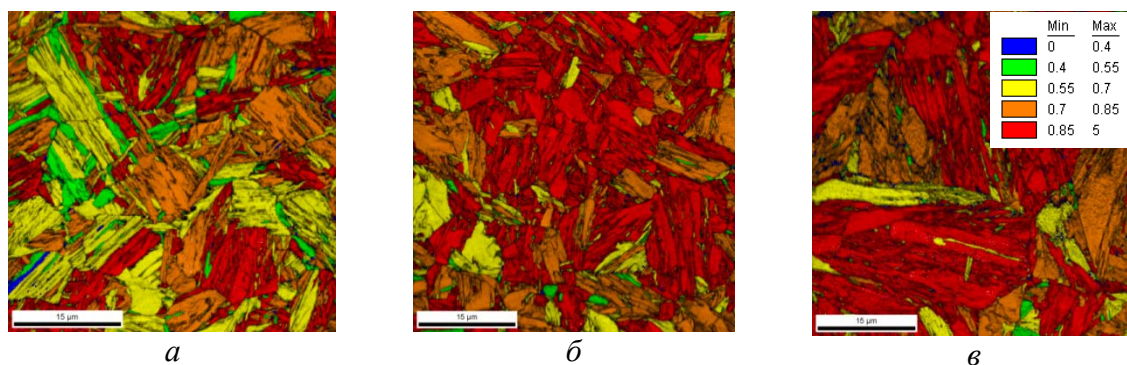


Рис. 4. EBSD-отображение структуры образцов A15 (а), A150 (б), A650 (в) с помощью функции «Image Quality» и наложения карт кривизны решетки (GAM)



Анализ кристаллографических особенностей бейнитно-мартенситных структур в зависимости от условий закалки методами EBSD показал следующее:

1. Повышение температуры нагрева под закалку сопровождается ростом аустенитных зерен, понижает долю большеугловых границ, не влияя на спектр межвариантных разориентировок между превращенными кристаллами.

2. Повышение скорости охлаждения, напротив, приводит к преобразованию спектра межвариантных разориентировок, что связано с ростом доли мартенситной составляющей в структуре стали.

Таким образом, анализ по EBSD-данным кристаллографических особенностей бейнитно-мартенситных структур является надежным методом для оценки долей структурных разновидностей  $\alpha$ -фазы высокопрочных сталей.

*Работа выполнена при финансовой поддержке государства в лице Минобрнауки в рамках соглашения № 14.595.21.0004.*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Adams B. L. Orientation imaging: The emergence of new microscopy / B. L. Adams, S. I. Wright, K. Kunze // Metall. Trans.-A. 1993. V. 24 (4). P. 819–831.
2. Зисман А. А. Количественная аттестация бейнитно-мартенситных структур высокопрочных легированных сталей методами сканирующей электронной микроскопии / А. А. Зисман, С. Н. Петров, А. В. Пташник // Металлург. 2014. № 11. С. 91–95.
3. Влияние размера зерна и деформационной субструктуры на кристаллогеометрические особенности бейнита и мартенсита низкоуглеродистых сталей / Н. Ю. Золоторевский [и др.] // МиТОМ. 2013. № 10 (700). С. 39–48.
4. Effect of ausforming and cooling condition on the orientation relationship in martensite and bainite of low carbon steels / N. Yu. Zolotorevsky [et al.] // Mater. Characterization. 2015. V. 107. P. 278–282.
5. Takayama N. Effects of transformation temperature on variant pairing of bainitic ferrite in low carbon steel / N. Takayama, G. Miyamoto, T. Furuhashi // Acta Materialia. V. 60. 2012. P. 2387–2396.

***Е. И. Устинова<sup>\*</sup>, А. М. Михайленко<sup>\*\*</sup>, Д. Л. Шварц<sup>\*\*\*</sup>***

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

<sup>\*</sup>*ekatherinaustanova@gmail.com*, <sup>\*\*</sup>*am\_plus@mail.ru*, <sup>\*\*\*</sup>*sdl190977@mail.ru*

Научный руководитель – доц., канд. техн. наук *А. М. Михайленко*

## **ВЫБОР ОПТИМАЛЬНОЙ КАЛИБРОВКИ ПРОКАТНЫХ ВАЛКОВ С ЦЕЛЮ УЛУЧШЕНИЯ СТРУКТУРЫ ГОТОВОГО ШВЕЛЛЕРА**

Улучшение структуры готового изделия выбрано в качестве цели оптимизации калибровки прокатных валков. С использованием теории систем и теории графов сформированы пространства швеллерных калибров и швеллерных калибровок, а также составлены матрицы смежности швеллерных калибров.

*Ключевые слова:* сортовая прокатка, калибровка прокатных валков, калибр, системный анализ, критерии оптимальности, оптимизация калибровки валков, швеллерный калибр, пространство калибров.

***E. I. Ustinova, A. M. Mikhaylenko, D. L. Schwartz***

## **SELECTING THE OPTIMAL CALIBRATION OF THE ROLLERS FOR THE IMPROVEMENT OF THE STRUCTURE OF THE READY SHEVLER**

The improvement in the structure of the finished product is chosen as the goal of optimizing the calibration of the rolling rolls. Using the theory of systems and the theory of graphs, spaces of channel calibers and channel calibrations are formed, and matrices of adjacent channel calibers are also made up.

*Keywords:* profiled rolling, calibration of rolling rolls, caliber, system analysis, optimality criteria, optimization of roll calibration, channel caliber, space of calibers.

Центральным звеном технологии сортовой прокатки является калибровка валков. От того как спроектирована калибровка в значительной степени зависят характеристики технологического процесса и свойства готового проката [1].

При прокатке фасонных профилей формирование наилучшей структуры металла должно быть включено в общий процесс формоизменения, обеспечивающий получение требуемой формы готового профиля. Для получения одной и той же формы готового профиля возможно применять как промежуточные калибры различной формы, так и использовать различные варианты распределения обжатий в этих калибрах. Наличие таких возможностей позволяет произвести постановку

и решение оптимизационной задачи для калибровки валков, нацеленной на получение наилучшей структуры у готовых швеллеров [2].

Для создания оптимальной модели калибровки, использована универсальная «Концепция оптимальной калибровки», разработанная на кафедре обработки металлов давлением Уральского федерального университета (УрФУ) А. М. Михайленко и Д. Л. Шварцем [3, 4]. В рамках принятой концепции, выбрана следующая последовательность проектирования оптимальной калибровки валков (рис.).

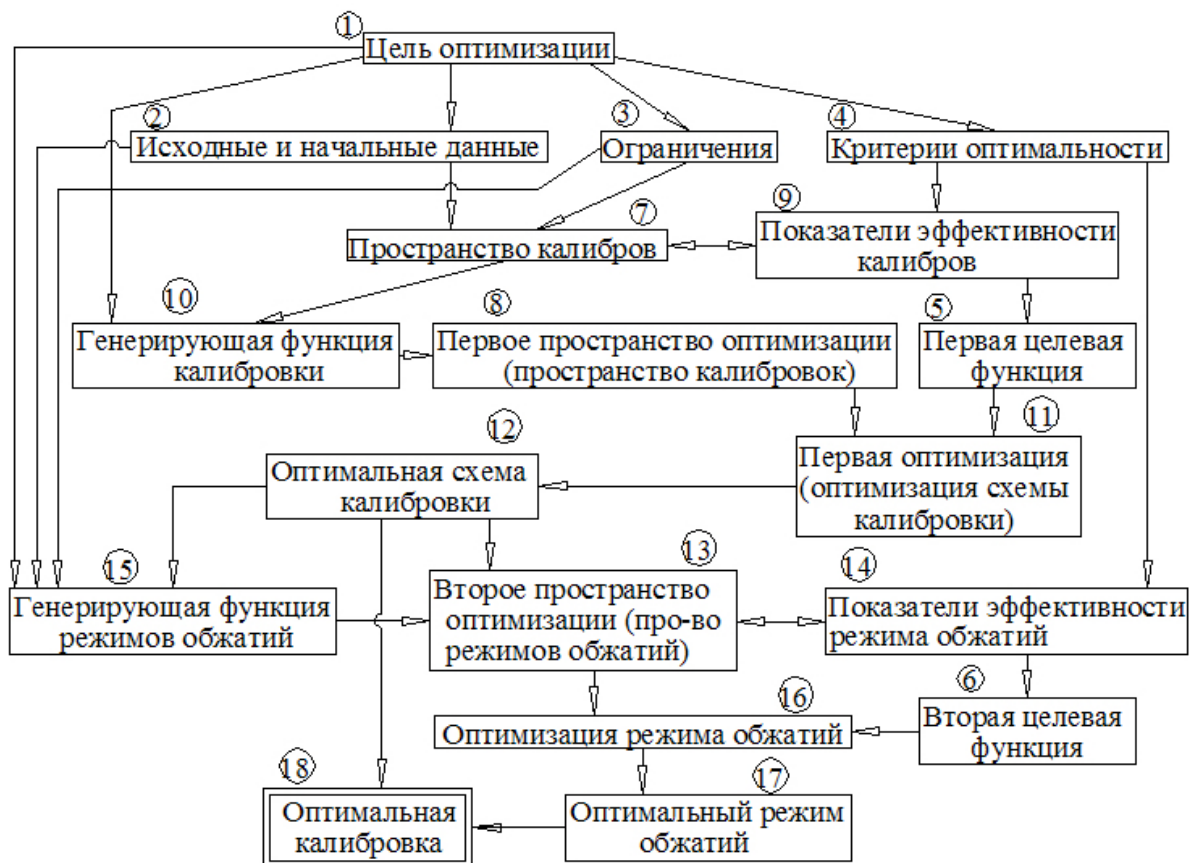


Рис. Блок-схема оптимизации

Начальным этапом формирования оптимальной калибровки, является формирование пространства швеллерных калибров [5]. На основе анализа известных калибровок валков для прокатки швеллеров выбраны главные признаки швеллерных калибров [1]. Данные признаки были использованы в качестве признаков калибров, устанавливающих координаты пространства швеллерных калибров. Так же установлены уровни варьирования каждого из признаков швеллерных калибров (табл. 1).

Таблица 1

## Признаки швеллерных калибров и уровни их варьирования

Признак калибра	Обозначение признака	Уровень варьирования признака	Обозначение уровня варьирования
Вид стенки	С	Прямая	С1
		Вырезная	С2
		Изогнутая	С3
		Волнистая	С4
Вид действительных фланцев	Д	Прямые с малым уклоном	Д1
		Прямые с увеличенным уклоном	Д2
		Изогнутые	Д3
Вид ложных фланцев	Л	Трапециевидные	Л1
		Треугольные	Л2
		Без ложных фланцев	Л3
Тип закрытия калибра и количество валков образующих калибр	Р	Открытый	Р1
		Полузакрытый	Р2
		Закрытый сверху	Р3
		Закрытый	Р4
		4-х валковый	Р5

Все возможные варианты швеллерных калибров (156 геометрически возможных вариантов) представлены в виде матрицы швеллерных калибров. В табл. 2 приведен фрагмент данной матрицы.

Таблица 2

## Фрагмент матрицы швеллерных калибров

	Уровень характеристики калибра				Код калибра	Пример калибра
№	С	Д	Л	Р		
1	Прямая	Прямые с малым уклоном	Треугольные	Открытый	1111	
49	Вырезная	Прямые с увеличенным уклоном	Трапециевидные	Открытый	2221	
92	Изогнутая	Прямые с малым уклоном	Треугольные	Полузакрытый	3112	
140	Волнистая	Прямые с малым уклоном	Треугольные	4-х валковый	4115	

На следующем этапе произведено разбиение пространства швеллерных калибров на отдельные подграфы [6], каждый из которых включает в свой состав калибры с определенным функциональным назначением (табл. 3).

Таблица 3











Подграфы швеллерных калибров

Номер подграфа	Тип калибров составляющих подграф	Назначение калибров и подграфа в целом
G1	Разрезные	Деление поперечного сечения на элементы, образующие черновой профиль
G2	Контрольные	Контроль формы и размеров профиля
G3	Формообразующие	Формирование геометрии и размеров предчистового профиля
G4	Чистовые	Доводка геометрии и размеров сечения до чистового профиля






Для каждого подграфа составлена матрица смежности. Текущие индексы этой матрицы ( $i$  по вертикали и  $j$  по горизонтали) принимают значения кодов калибров, входящих в данный подграф калибров. В произвольной паре калибров индекс  $i$  соответствует предыдущему калибру, а индекс  $j$  – последующему. Величина элемента матрицы  $S_{ij}$ , стоящая на пересечении  $i$ -й строки и  $j$ -го столбца указывает на возможность использования  $j$ -го калибра вслед за  $i$ -м калибром. Любой элемент матрицы  $S_{ij}$  может принимать одно из значений 0 или 1. Матрица смежности калибров  $S_{ij}$  является не симметричной матрицей, т. е. не для всех элементов выполняется условие  $S_{ij} = S_{ji}$ . В табл. 4 приведен фрагмент матрицы смежности подграфа G1.

Таблица 4

Фрагмент матрицы смежности калибров  $S_{ij}$   
для подграфа G1 «Разрезные калибры»

Код калибра	$j$	2111	2112	2113	2114	2115	2121	2122	2123	2124
$i$	Пример калибра									
2114		1	1	1	1	0	0	0	0	0

Продолжение табл. 4

2115		0	0	0	0	1	0	0	0	0
2122		0	0	0	0	0	1	1	1	1
2124		0	0	0	0	0	1	1	1	1
2125		0	0	0	0	1	0	0	0	0
2131		1	1	1	1	0	1	1	1	1

Для проведения оптимизационных процедур необходимо сформировать «пространство схем швеллерных калибровок». Для формирования такого пространства необходимо генерировать отдельные виртуальные схемы калибровок и последовательно наполнять ими это пространство. Для этого необходим генератор швеллерных калибровок. В рамках универсальной «Концепции оптимальной калибровки» создан укрупненный «Алгоритм генерации отдельной виртуальной схемы калибровки». На его основе можно сформулировать «Алгоритм генерации отдельной виртуальной схемы калибровки швеллера».

После формирования пространства швеллерных калибровок, появляется возможность сформулировать критерий оптимальности, удовлетворяющий поставленной цели, а именно получения наилучшей структуры готового изделия.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Смирнов В. К. Калибровка прокатки валков / В. К. Смирнов, В. А. Шилов, Ю. В. Инатович. Учебное пособие для вузов. Изд. 2-е переработ. и доп. Москва : Теплотехник, 2010. 492 с.
2. Гуляев А. П. Металловедение / А. П. Гуляев. Издание 4-ое. Москва : Металлургия, 1966. 482 с.
3. Михайленко А. М. Системный подход к оптимизации калибровки сортопрокатных валков / А. М. Михайленко, Д. Л. Шварц // Производство проката, 2016. № 17, С. 29.
4. Михайленко А. М. Классификация калибров для прокатки рельсов / А. М. Михайленко, Д. Л. Шварц // Производство проката, 2017. № 4, С. 19.
5. Михайленко А. М. Оптимизация калибровок валков для прокатки швеллеров. Оптимизационная модель и пространство калибров / А. М. Михайленко, Д. Л. Шварц, Е. И. Устинова // Труды XI Конгресса прокатчиков. Т. I. 2017. С. 283–295.
6. Домнин Л. Н. Элементы теории графов / Л. Н. Домнин. Учебное пособие для вузов. Пенза : Изд-во Пенз. гос. ун-та, 2007. 144 с.

**А. Г. Орлов<sup>1\*</sup>, В. В. Котов<sup>1,2\*\*</sup>**

<sup>1</sup> Уральский федеральный университет имени первого Президента России

Б. Н. Ельцина, г. Екатеринбург

<sup>2</sup> Представительство компании ESI Group в Российской Федерации, г. Екатеринбург

\* *alor110@mail.ru*; \*\* *kotov@esi-group.com*

## МОДЕЛИРОВАНИЕ РАЗРУШЕНИЯ РАЗНОСТЕННЫХ ТРУБ ИЗ ТИТАНОВОГО СПЛАВА И СТАЛИ ПОД ДЕЙСТВИЕМ ВНУТРЕННЕГО ДАВЛЕНИЯ

Методом конечных элементов проведено исследование процесса раздачи стальных и титановых разностенных труб под действием внутреннего давления. Описаны закономерности исследованного процесса. В частности, выявлено, что исходная разностенность труб ускоряет процесс разрушения в области тонкой стенки, поэтому в трубопроводах, проводящих жидкости высокого давления, рекомендуется применять трубы с минимальной исходной разностенностью.

*Ключевые слова:* раздача труб внутренним давлением, разностенность, метод конечных элементов, разрыв труб при раздаче, напряжения разрыва.

**A. G. Orlov, V. V. Kotov**

## FRACTURE SIMULATION OF TITAN AND STEEL PIPES WITH WALL THICKNESS VARIATION UNDER INTERNAL PRESSURE

The finite element method was used to study the process of expanding steel and titanium pipes under the internal pressure. The regularities of the investigated process are described. It was found that the initial difference in the pipes wall thickness accelerates the process of destruction in the thin wall region, therefore pipes with a minimum initial difference are recommended in pipelines conducting high-pressure liquids.

*Keywords:* pipe expanding with internal pressure, wall thickness variation, finite element method, expanding pipe fracture, fracture stresses.

В различных отраслях промышленности для транспортировки жидкостей и газов применяются трубопроводы. Давление жидкостей и газов в трубах, например, при добыче нефти, может достигать значительных величин, что приводит к упругопластическим деформациям трубных узлов, их поломке и разрушению, поэтому актуальна задача исследования поведения труб под действием внутреннего давления. При изучении этого вопроса обычно пренебрегают разностенностью труб, которая может достигать  $\pm (10...15) \%$  [1, 2]. Для титановых труб величины

разнотолщинности могут достигать еще больших значений за счет анизотропных свойств самого материала [3]. Поэтому актуальны исследования поведения разностенных труб из различных материалов под действием внутреннего давления. Ранее авторами были проведены исследования этого вопроса для алюминиевых труб [4]. В настоящей статье представлены результаты компьютерного моделирования процесса раздачи разностенных труб из стали и титанового сплава внутренним давлением с помощью пакета прикладных программ ESI Virtual-Performance 2016.0, реализующего метод конечных элементов. В отличие от технологических расчетов, которые обычно направлены на моделирование производства труб [5], расчет в решении ESI Virtual-Performance направлен на исследование свойств готового изделия.

Исследовали поведение разностенных труб из стали марки 40ХГН (0,4С–Cr–Mn–Ni) и титанового сплава ОТ4-1 с различной относительной тонкостенностью:  $D/S = 11 \dots 22$ , где  $D$  – наружный диаметр,  $S$  – толщина стенки трубы. Модель среды приняли упруго-пластической с кривыми упрочнения по данным [6]. Расчеты выполнили в плоской 2D-постановке с применением мембранных элементов, нагружение задавали распределенной по внутреннему контуру нагрузкой, нарастающей прямо пропорционально времени нагружения – 10 кН за 1 мс, что соответствует приращению давления на 3,53 МПа за 1 мс на внутреннюю поверхность трубы диаметром 90 мм. В результате решения определяли изменение разностенности и наружного диаметра трубы в процессе нагружения, место разрыва и эквивалентное напряжение в момент разрыва, а также величину внутреннего давления, необходимого для разрыва трубы.

Для оценки сходимости решения применили разбиение с различным числом конечных элементов: 126 (шаг сетки 5 мм), 410 (шаг сетки 3 мм), 811 (шаг сетки 2 мм), 3647 (шаг сетки 1 мм). Анализ результатов решения показал, что разбиение с шагом сетки менее 3 мм нецелесообразно, так как результаты решения с более мелкой сеткой изменяются не более, чем на 2 %. Кроме того, при выбранном разбиении по толщине стенки размещается не менее трех элементов, что соответствует рекомендациям разработчиков пакета программ.

Адекватность полученных результатов оценена путем сравнения рассчитанных параметров с результатами аналитического решения задачи Ламе [7] деформации трубы под давлением. Результаты расчета методом конечных элементов и по формулам Ламе отличаются не более чем на 8 %, что говорит о вполне достаточной точности решения.

Далее моделировали процесс раздачи разностенных труб. Разностенность труб варьировали в диапазоне  $\pm (2,5\text{--}15) \%$ , причем рассматривали только эксцентричную составляющую, как наиболее существенную при производстве труб.



При моделировании получены следующие основные результаты. Разрыв разностенной трубы всегда происходит в области тонкой стенки (см., например, рис. 1), а внутреннее давление, приводящее к разрушению, растет с увеличением толщины стенки. В процессе раздачи значительную часть времени реализуется упругая деформация, когда параметры процесса изменяются линейно (рис. 2), а пластическая деформация начинается в момент, когда эквивалентное напряжение в месте разрыва достигает предела текучести сплава. Разрыв образца происходит при достижении эквивалентным напряжением величины временного сопротивления сплава.

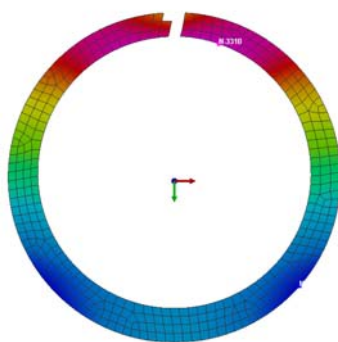


Рис. 1. Картина разрушения разностенной трубы

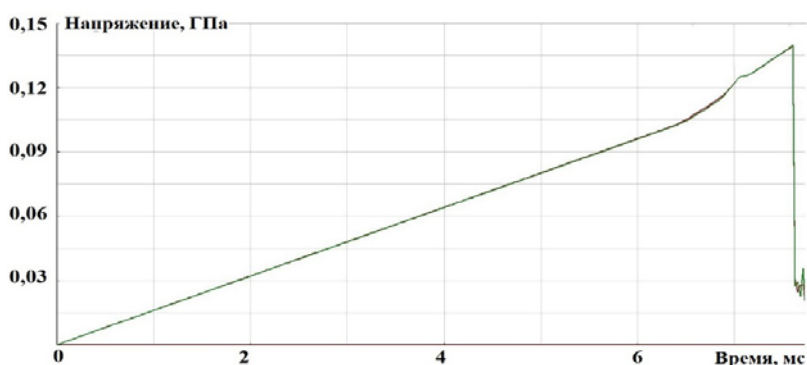


Рис. 2. Изменение эквивалентного напряжения во времени при раздаче титановой трубы с исходной разностенностью 15 %

Моделирование раздачи титановой трубы показало, что пластическая деформация на внутренней поверхности трубы начинается со времени нагружения 6,35 мс (рис. 2), что соответствует внутреннему давлению 22,42 МПа. Утонение стенки составляет не более 5 %, раздача наружного диаметра – не более 3 %.

Моделирование раздачи стальной трубы показало, что пластическая деформация на внутренней поверхности трубы начинается со времени нагружения 7,65 мс, что соответствует внутреннему давлению 22,95 МПа. Утонение стенки также составляет не более 5 %, раздача наружного диаметра – не более 2,5 %.

Установлено также, что при раздаче разностенных труб стенка минимальной толщины продолжает утоняться при почти неизменной ее максимальной толщине, что приводит к росту поперечной разностенности. Утонение стенки приводит к более быстрому разрыву трубы.

Также в процессе раздачи происходит незначительное увеличение наружного диаметра. Процесс увеличения поперечной разностенности можно проиллюстрировать на примере раздачи труб с исходной разностенностью 15 % (табл. 1, 2).

Таблица 1

Результаты раздачи титановой трубы с разностенностью 15 %

Время нагружения, мс	Внутреннее давление, МПа	$S_{\min}$ , мм	$S_{\max}$ , мм	Разностенность, %	Наружный диаметр, мм
0	0	8,525	11,525	15,000	110,000
6	21,180	8,521	11,522	15,005	110,093
6,2	21,886	8,520	11,521	15,007	110,091
6,4	22,592	8,484	11,520	15,185	110,146
6,6	23,298	8,305	11,517	16,060	110,582
6,7	23,651	8,190	11,515	16,625	110,811
6,8	24,004	8,105	11,508	17,015	110,959

Таблица 2

Результаты моделирования раздачи стальной трубы с разностенностью 15 %

Время нагружения, мс	Внутреннее давление, МПа	$S_{\min}$ , мм	$S_{\max}$ , мм	Разностенность, %	Наружный диаметр, мм
0	0	8,525	11,525	15,000	110,000
8,9	31,417	8,311	11,516	16,025	111,157
9,1	32,123	8,250	11,506	16,280	111,548
9,3	32,829	8,200	11,499	16,495	111,940
9,5	33,535	8,144	11,493	16,745	112,353
9,6	33,888	8,114	11,489	16,875	112,597
9,7	34,241	8,096	11,486	16,950	112,735

Результаты вычислений размеров поперечного сечения труб с исходной разностенностью 15 % (см. табл. 1,2) показывают, что при развитой пластической деформации разностенность увеличивается с 15 до

17 %. Увеличение наружного диаметра незначительно – не превышает 3 %. Таким образом, увеличение исходной разностенности труб ускоряет процесс разрушения в области тонкой стенки.

Выводы. В статье приведены результаты исследования процесса раздачи стальных и титановых разностенных труб под действием внутреннего давления. Исследование проведено с помощью пакета прикладных программ ESI Virtual-Performance 2016.0, реализующего метод конечных элементов. Установлено, что при раздаче равностенных труб разрыв происходит одновременно в нескольких местах поперечного сечения. При раздаче разностенных труб разрыв происходит в области тонкой стенки. Минимальная стенка продолжает утоняться при почти неизменной максимальной толщине стенки, что приводит к росту поперечной разностенности. Увеличение исходной разностенности труб ускоряет процесс разрушения труб в области тонкой стенки, поэтому в трубопроводах, проводящих жидкости высокого давления, рекомендуется применять трубы с минимальной исходной разностенностью. Сопротивляемость внутреннему давлению выше у стальных труб: разрушение титановых труб произошло при внутреннем давлении 24 МПа, а стальных труб – при давлении 34,2 МПа.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Исследование концевой разностенности труб после трубопрокатного агрегата с непрерывным станом / Г. А. Орлов [и др.] // Сталь. 2016. № 8. С. 55–57.
2. Орлов Г. А. Анализ концевой разностенности труб после редуционного стана / Г. А. Орлов, С. Е. Ашканов, А. Г. Орлов // Известия вузов. Черная металлургия. 2017. № 3. С. 250–251.
3. Логинов Ю. Н. Обоснование влияния анизотропии на разнотолщинность холоднокатаных труб из титанового сплава / Ю. Н. Логинов, В. Г. Смирнов, В. В. Котов // Производство проката. 2008. № 2. С. 28–31.
4. Орлов Г. А. Компьютерное моделирование поведения разностенных труб под внутренним давлением / Г. А. Орлов, В. В. Котов, А. Г. Орлов // Металлург. 2017. № 2. С. 18–21.
5. Логинов Ю. Н. Моделирование процесса прессования трубной заготовки из титанового сплава в программе QFORM 2D/3D / Ю. Н. Логинов, В. В. Котов // Кузнечно-штамповочное производство. Обработка материалов давлением. 2010. № 12. С. 36–40.
6. Полухин П. И. Сопротивление пластической деформации металлов и сплавов / П. И. Полухин, Г. Я. Гун, А. М. Галкин. Москва : Металлургия, 1976. 488 с.
7. Работнов Ю. Н. Сопротивление материалов / Ю. Н. Работнов. Москва : Физматгиз, 1963. 456 с.

**Д. Д. Колотий, Н. А. Мамонтова, К. А. Сперанский\***

Московский авиационный институт (национальный исследовательский университет),  
г. Москва

\* *speranski.konstantin@mail.ru*

Научный руководитель – д-р техн. наук, проф. кафедры «МиТОМ» С. Я. Бецофен

## РАЗРАБОТКА ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОГО МЕТОДА ДЛЯ АНАЛИЗА КОЛИЧЕСТВЕННЫХ ХАРАКТЕРИСТИК ТЕКСТУРЫ И АНИЗОТРОПИИ СВОЙСТВ ГПУ-СПЛАВОВ МЕТОДОМ ОБРАТНЫХ ПОЛЮСНЫХ ФИГУР

Разработка новых высокотехнологичных материалов для ракетно-космической и авиационной отраслей промышленности, атомной энергетики связана с созданием технологий, обеспечивающих получение требуемого комплекса технологических и эксплуатационных свойств изделий и конструкций. Широкое применение в этих отраслях промышленности нашли сплавы титана и циркония. Характерной особенностью этих сплавов является кристаллографическая текстура, которая практически полностью определяет анизотропию физико-механических свойств полуфабрикатов и изделий из них. Необходимость управления текстурообразованием обуславливает развитие методик, позволяющих проводить количественный анализ кристаллографических ориентировок.

*Ключевые слова:* титан, титановые сплавы, цирконий, циркониевые сплавы, кристаллографическая текстура, анизотропия, обратные полюсные фигуры.

***D. D. Kolotii, N. A. Mamontova, K. A. Speranskii***

## DEVELOPMENT OF THE EXPERIMENTAL METHOD FOR THE ANALYSIS OF QUANTITATIVE CHARACTERISTICS OF THE TEXTURE AND ANISOTROPY OF PROPERTIES OF GPU ALLOYS BY THE METHOD OF REVERSE POLE FIGURES

The development of new high-tech materials for the rocket and space and aviation industries, nuclear power is associated with the creation of technologies that ensure the required set of technological and operational properties of products. Alloys of titanium and zirconium were widely used in these industries. A characteristic feature of these alloys is the crystallographic texture. The need to control texture formation determines the development of techniques that allow for the quantitative analysis of crystallographic orientations.

*Keywords:* crystallographic texture, anisotropy, inverse pole figures.

Разработка новых высокотехнологичных материалов для ракетно-космической и авиационной отраслей промышленности, атомной энергетики связана с созданием технологий, обеспечивающих получение требуемого комплекса технологических и эксплуатационных свойств изделий и конструкций. Широкое применение в этих отраслях промышленности нашли сплавы титана и циркония.

Во всех металлических материалах, начиная со стадии выплавки слитков, формируется кристаллографическая текстура, при этом для сплавов циркония, и особенно титана, текстура практически полностью определяет анизотропию физико-механических свойств полуфабрикатов и изделий из них.

Для оценки механических свойств изделий металлопроката и определения соответствия прочностных характеристик требуемым параметрам существует целый арсенал различных методик, которые позволяют, не разрушая образец, определить с определенной точностью, насколько его механические свойства будут соответствовать условиям эксплуатации.

Необходимость управления текстурообразованием обуславливает развитие методик, позволяющих проводить не только качественный, но и количественный анализ кристаллографических ориентировок и связанных с этим параметров анизотропии упругих и механических свойств. Одной из наиболее часто используемых текстурных характеристик полуфабрикатов и изделий из ГПУ-материалов, в частности сплавов циркония и титана, являются коэффициенты Кернса (или  $f$ -параметры), что обуславливает необходимость их точного определения, поскольку существуют надежные корреляции этих коэффициентов со служебными свойствами.

Анализ литературных данных показал, что данные, полученные в результате исследований были получены различными способами, что осложняет их обработку и сбор статистики. Исходя из имеющихся в литературе данных было выяснено, что для получения более корректных значений  $f$ -параметра, для полуфабрикатов из сплавов с частично деформированной структурой, рекомендуется использовать метод рентгеновской дифрактометрической съемки и расчетом значений текстурных коэффициентов с помощью ППФ и ОПФ.

Для данной работы были поставлены следующие задачи:

1. Экспериментально исследовать методом прямых (ППФ) и обратных полюсных фигур (ОПФ) текстуры листовых полуфабрикатов из сплавов титана и циркония.
2. Рассчитать коэффициент Кернса ( $f$ ) и модуля Юнга ( $E$ ) для исследованных сплавов, на основании ППФ и ОПФ.
3. Разработать метод оценки точности расчетов из ОПФ в зависимости от дискретности экспериментальных точек на стереографическом треугольнике.

4. Провести сравнительный анализ точности различных методов расчета коэффициента Кернса и модуля Юнга из текстурных данных применительно к сплавам титана и циркония.

В качестве объектов исследования были выбраны титановые сплавы (Вт5, Вт6, Вт20, Вт23), а также циркониевый сплав Э110. Образцы из исследуемых сплавов были вырезаны и обработаны для исследования с помощью рентгеноструктурного анализа на установке Дрон-4-07.

Коэффициенты Кернса рассчитывали с использованием трех методик.

Расчет  $f$ -параметров для сплава Э110 о.ч. в соответствии с **первой методикой** проводили на основе построения полных ППФ из неполных методом экстраполяции. (Неполные ППФ были получены по результатам рентгеновской съемки в  $\text{CuK}_\alpha$ -излучении с плоскости листа на середине его толщины в рефлекс (0002)  $\alpha$ -Zr.)

При построении количественных ОПФ, необходимых для вычисления текстурных коэффициентов по второй и третьей методикам, расчет полюсной плотности проводили с применением операции нормирования по Моррису. Для этого были рассчитаны коэффициенты нормировки  $A_{hkl}$  для 17 рефлексов, соответствующих числу независимых рефлексов в дифракционном спектре  $\alpha$ -Ti при использовании фильтрованного  $\text{CuK}_\alpha$ -излучения. Полюсную плотность с учетом  $A_{hkl}$  определяли по формуле:

$$P_{h_i k_i l_i}^{\text{норм}} = \frac{P_{h_i k_i l_i}}{\sum_{i=1}^n (P_{h_i k_i l_i} A_{h_i k_i l_i})} \quad (1)$$

Вторая и третья методики основаны на результатах ОПФ.

**Вторая методика** определения коэффициентов Кернса (ОПФ17) является стандартной и включает усреднение значений  $f$ -параметров, вычисленных для каждого экспериментального рефлекса ( $h_i k_i l_i$ ) по всему стереографическому треугольнику, при этом все  $f$ -параметры имеют одинаковый весовой множитель:

$$f_{\text{нп(пн,нн)}} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n P_{h_i k_i l_i}^{\text{нп(пн,нн)}} \cos^2 \gamma_i \quad (2)$$

**Третья методика** (ОПФ17-М) отличается тем, что в ней учитывается неравномерность распределения экспериментальных рефлексов на сфере проекций (аналогично операции нормирования полюсной плотности) с использованием тех же коэффициентов нормировки  $A_{hkl}$ , что и при нормировке полюсной плотности:

$$f_{\text{нп(пн,нн)}} = \sum_{i=1}^n A_{h_i k_i l_i} * P_{h_i k_i l_i}^{\text{нп(пн,нн)}} \cos^2 \gamma_i \quad (3)$$

Также была предложена **новая методика**, которая позволила оценить точность, с которой проводятся расчеты свойств с помощью второй и третьей методик. С помощью данной методики можно рассчитать теоретическое значение параметров Кернса, модуля Юнга, задать

требуемую дискретность и таким образом получить абсолютное значение искомых параметров.

Такой подход дает возможность сопоставить точность усреднения по экспериментальным (ОПФ17 и ОПФ17-М) и теоретических ОПФ (ОПФТ), поскольку в последних дискретность ориентаций может быть задана не ограничено до таких минимальных углов между ориентациями, когда величина параметра анизотропии практически не будет изменяться, и эту величину можно принять за истинное значение параметра анизотропии для данной текстуры.

В этом случае ошибка метода ОПФ будет равна разности между этим истинным значением параметра анизотропии и соответствующей величиной, полученной для ОПФ с 17 рефлексами, т. е. для экспериментальной ОПФ.

Таблица

Ошибки в определении  $f$  и  $E$  для различных вариантов усреднения на ОПФ

Тип усреднения ОПФ	$\Delta\gamma$	$n$	Баз. текстура				Призм. текстура			
			$E$	$\frac{\Delta E}{E_{0,5}}$	$f$	$\Delta f/f_{0,5}$	$E$	$\frac{\Delta E}{E_{0,5}}$	$f$	$\Delta f/f_{0,5}$
	град		ГПа	%		%	ГПа	%		%
ОПФ17	–	17	134,1	5,14	0,837	17,4	105,5	–0,32	0,065	–21,4
ОПФ17М	–	17	128,3	0,62	0,729	2,3	105,8	–0,04	0,081	–2,9
ОПФ-Т(10)	10	9	128,0	0,35	0,724	1,6	106,0	0,15	0,093	11,4
ОПФ-Т(5)	5	18	127,6	0,04	0,71	0,17	105,89	0,05	0,086	3,0
ОПФ-Т(2)	2	48	127,56	0,01	0,713	0,03	105,85	0,01	0,084	0,5
ОПФ-Т(1)	1	90	127,57	0,02	0,713	0,08	105,84	0,00	0,084	0,1
ОПФ-Т(0,5)	0,5	180	127,55	0,00	0,712	0,00	105,84	0,00	0,083	0,0

Согласно результатам расчетов (табл. 1), угловой интервал  $\Delta\gamma = 2^\circ$  является критическим: дальнейшее его уменьшение не дает ощутимого эффекта (ошибка менее 0,1 %). Способ усреднения существенно влияет на результаты вычисления коэффициентов Кернса.

Так, учет неравномерности рефлексов на сфере проекций (ОПФ17-М) дает результат, который отличается от истинного ( $\Delta\gamma < 2^\circ$ ) всего на 2–3 % по  $f$ -параметру, а усреднение без учета неравномерности рефлексов (ОПФ17) дает отклонение от истинного значения на 17–20 %. По модулю упругости ошибка существенно ниже, чем по  $f$ -параметру и усреднение ОПФ17-М дает заметно меньшую ошибку по сравнению с ОПФ17.

Расчетным методом показано, что значения коэффициентов Кернса при усреднении, учитывающем неравномерность рефлексов на сфере проекций (ОПФ17-М), для базисной текстуры выше истинных значений на

2,3 %,.. Из этого следует, что если значения коэффициентов Кернса, рассчитанные из ОПФ для базисной текстуры и равные в среднем 0,725, то истинная величина  $f$ -параметра на 2,2 % ниже и составляет 0,709. Разница между этим значением и величиной, полученной из ППФ (0,653), составляет 0,056, что более чем втрое превышает аналогичную разницу (0,016) для величин, рассчитанных из ОПФ.

По результатам работы были сделаны следующие выводы:

1. Проведен сравнительный анализ величин текстурных коэффициентов Кернса для листов сплавов титана и циркония методом прямых и обратных полюсных фигур.

2. Моделирование базисной и призматической текстуры ГПУ-металлов на примере сплавов титана и циркония с помощью соответствующих аналитических функций позволило впервые объективно оценить точность определения коэффициентов Кернса и модулей Юнга в зависимости от дискретности экспериментальных точек на ОПФ.

3. Показано, что нецелесообразно снижать угловые дистанции между экспериментальными точками на ОПФ меньше чем на  $2^\circ$ , поскольку относительная ошибка при этом становится меньше 0,1 %.

4. Для оценки коэффициентов Кернса по результатам текстурных исследований методом ОПФ необходимо использовать операцию нормирования с учетом неравномерности рефлексов на сфере проекций, что позволит снизить ошибку определения текстурных параметров до 2–3 %.

5. Сопоставление экспериментальных результатов измерения коэффициентов Кернса с результатами расчетов на основе теоретических ОПФ показало, что точность измерения коэффициентов Кернса методом ОПФ выше точности измерения методом ППФ.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Бородкина М. М. Изучение текстуры методом обратных полюсных фигур / М. М. Бородкина, С. Ф. Куртасов. Москва : Заводская лаборатория, 1979.
2. Русаков А. А. Рентгенография металлов / А. А. Русаков. Москва : Атомиздат, 1977. 480 с.
3. Горелик С. С. Рентгенографический и электронно-оптический анализ / С. С. Горелик, Ю. А. Скаков, Л. Н. Расторгуев. Москва: «МИСИС», 2002. 360 с.
4. Бецофен С. Я. Влияние текстуры и механизма деформации на анизотропию механических свойств и служебные характеристики сплавов титана и магния // Тезисы докладов Всесоюзной научно-технической конф. «Прикладная рентгенография металлов», Ленинград, 1986.



УДК: 538.9:532.78

**А. П. Зозуля<sup>1\*</sup>, А. В. Ветчинов<sup>2</sup>**

<sup>1</sup> Донбасская национальная академия строительства и архитектуры, г. Макеевка

<sup>2</sup> Донецкий национальный технический университет, г. Донецк

\* *zozulyanastya@yandex.ua*

Научный руководитель – доц., канд. хим. наук С. А. Фролова

## ТЕРМОДИНАМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ КРИСТАЛЛИЗАЦИИ ЭВТЕКТИК В СИСТЕМАХ ГАЛЛИЙ–ОЛОВО И ВИСМУТ–ОЛОВО

Исследованы процессы кристаллизации эвтектических сплавов Ga+8,5 мол. % Sn и Bi+57 мол. % Sn. Установлен эффект «скачкообразного» перехода для эвтектического сплава Sn–Bi от квазиравновесной кристаллизации (КРК) к неравновесно-взрывной (НВК) и монотонный – для эвтектического сплава Ga–Sn. Рассчитаны активности и коэффициенты активностей компонентов в соответствующих эвтектиках при температурах  $T_E$ .

*Ключевые слова:* олово, висмут, галлий, эвтектический сплав, термический анализ, расплав, кристаллизация, переохлаждение, активность.

**A. P. Zozulia, A. V. Vetchinov**

## THERMODYNAMIC ANALYSIS OF EUTECTIC CRYSTALLIZATION IN GALLIUM–TIN AND BISMUTH–TIN SYSTEMS

The processes of eutectic alloys Ga + 8,5 mol. % Sn and Bi + 57 mol. % Sn crystallization. The effect of a "jumplike" transition for the eutectic Sn-Bi alloy from quasi-equilibrium crystallization (QEC) to nonequilibrium-explosive (NEE) and monotonic for the eutectic Ga-Sn alloy is established. The activity and activity coefficients of the components in the corresponding eutectics at the temperature of the  $T_E$  were calculated.

*Keywords:* tin, bismuth, gallium, eutectic alloy, thermal analysis, melt, crystallization, supercooling, activity.

Целью данной работы является сравнительный анализ термодинамических параметров двух эвтектических сплавов, в которых одним из компонентов является олово (Ga+8,5 мол. % Sn и Bi+57 мол. % Sn), охлажденных в одинаковых условиях.

Методом циклического термического анализа (ЦТА) [1] исследовано влияние величины перегрева  $\Delta T^+$  расплава эвтектического состава (для сплавов 91,5 мол.% Ga + 8,5 мол.% Sn и 43 мол. % Bi + 57 мол. % Sn) относительно эвтектической температуры  $T_E$  на степень переохлаждения

$\Delta T_{np}^{\ominus}$  ( $\Delta T_{np}^{\ominus} = T_{\ominus} - T_{np}^{\ominus}$ , где  $T_{np}^{\ominus}$  – минимальная температура в области переохлаждения, при которой начинается кристаллизация эвтектики). Эвтектические сплавы готовили сплавлением компонентов галлия и олова либо висмута и олова (марки ОСЧ) соответствующего состава общей массой 0,5 г. При сплавлении компоненты нагревали в алуновом тигле на 100 К выше температуры плавления Sn (в системе Ga–Sn) или Bi (в системе Bi–Sn), и перемешивали до полного растворения. Термоциклирование всех образцов (5 шт.) проводилось в одинаковых условиях в т.н. «безградиентной» печи сопротивления, специально сконструированной для метода ЦТА. Печь с образцом находилась в холодильной камере «Веко» с температурой 249 К. Температуру измеряли хромель-копелевой (ХК) термопарой с помощью цифрового термометра UT325 с выходом на персональный компьютер. Погрешность измерения температуры составляла  $\sim 0,1$  К. Скорость охлаждения была  $\sim 10$  К/мин.

Для элементарного олова установлен эффект «скачкообразного» перехода от квазиравновесной кристаллизации (КРК) к неравновесно-взрывной (НВК) [2], т. е. существует такая критическая температура  $T_K^{Sn} \approx 510$  К, нагрев выше или ниже которой меняет характер кристаллизации. После нагрева расплава олова до температур меньше  $T_K^{Sn}$  и охлаждении со скоростью  $\sim 10$  К/мин кристаллизация происходила без переохлаждения, т. е. квазиравновесно. Стоило прогреть расплав до температуры  $T_K^{Sn}$  и выше и кристаллизация наступала при достаточном переохлаждении  $\Delta T_{np}^{Sn} \approx 12$  К, величина которого не менялась независимо от перегрева жидкой фазы. На рисунке для Sn этот эффект на основании 50 термоциклов приведен в координатах  $\Delta T_{np} = f(\Delta T^+)$ . Дальнейший перегрев выше  $T_K^{Sn}$  на  $\sim 100$  К не влиял ни на характер кристаллизации, ни на величину предельного переохлаждения  $\Delta T_{np}^{Sn} \approx 12$  К.

Для висмута, также как и для олова, переход от КРК к НВК был «скачкообразным» и показан на рисунке. Критическая температура оказалась равной  $T_K^{Bi} \approx 559$  К [2] и кристаллизация висмута от температур выше  $T_K^{Bi}$  происходила с предельным переохлаждением  $\Delta T_{np}^{Bi} \approx 15$  К, не зависящим от дальнейшего перегрева.

При нагреве галлия до любых температур выше температуры плавления  $T_L$  и охлаждении с той же скоростью кристаллизация происходила с переохлаждением  $\Delta T_{np}$  (рис.). Однако эффект перехода от КРК к НВК для галлия носил не «скачкообразный» характер, а монотонно-возрастающий с увеличением переохлаждения до предельного  $\Delta T_{np}^{Ga} = 34$  К

при  $\Delta T^+ \approx 25$  К и не меняющего своего значения при последующих прогревах независимо от перегрева жидкой фазы [3].

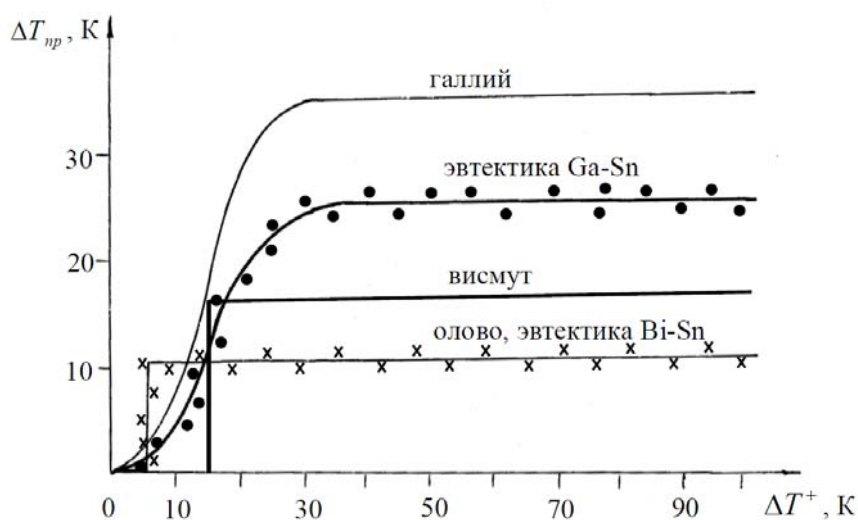


Рис. Зависимость предельного переохлаждения от перегрева расплавов эвтектических сплавов Ga + 8,5 мол.% Sn (точки) и Bi + 57 мол. % Sn (крестики)

Для эвтектического сплава Ga + 8,5 мол.%Sn, как и для чистого Ga, зависимость  $\Delta T_{пр} = f(\Delta T^+)$  имела монотонно-возрастающий характер с предельным переохлаждением  $\Delta T_{пр}^{\infty} = 26$  К (рис. 1). Для эвтектического сплава Bi + 57 мол.%Sn зависимость  $\Delta T_{пр} = f(\Delta T^+)$  имела также «скачкообразный характер», т. е. определена температура  $T_K^{\infty} \approx 417$  К при  $T_{\infty} = 412$  К (рис. 1). Предельное значение переохлаждения  $\Delta T_{пр}^{\infty}$  составило 12 К при дальнейших прогревах выше  $T_K^{\infty}$ .

Т. к. в процессе кристаллизации двухкомпонентного эвтектического сплава участвуют оба компонента (галлий и олово или висмут и олово), то представлял интерес расчет активностей обоих компонентов как при температуре  $T_{\infty}$ , т. е. на момент начала равновесной кристаллизации, так и в области переохлаждения эвтектики при температуре  $T_{пр}^{\infty}$ . Активности компонентов в жидкой эвтектике Ga + 8,5 мол.% Sn на момент начала равновесной кристаллизации при температуре  $T_{\infty}$  обозначили  $a_{\infty}^{Ga}$  и  $a_{\infty}^{Sn}$ , а в жидкой эвтектике Bi + 57 мол.% Sn при  $T_{\infty}$  обозначили как  $b_{\infty}^{Bi}$  и  $b_{\infty}^{Sn}$ . Активности рассчитывали по уравнению Шредера [4]. Для эвтектического сплава Ga + 8,5 мол.% Sn :

$$a_{\text{Э}}^{\text{Ga}} = \exp\left[\frac{\Delta H_L^{\text{Ga}}}{R}\left(\frac{1}{T_L^{\text{Ga}}} - \frac{1}{T_{\text{Э1}}}\right)\right], \quad (1)$$

$$a_{\text{Э}}^{\text{Sn}} = \exp\left[\frac{\Delta H_L^{\text{Sn}}}{R}\left(\frac{1}{T_L^{\text{Sn}}} - \frac{1}{T_{\text{Э1}}}\right)\right], \quad (2)$$

где  $\Delta H_L^{\text{Ga}}$  и  $\Delta H_L^{\text{Sn}}$  – энтальпии плавления галлия (5,59 кДж/моль) и олова (7,07 кДж/моль);  $T_L^{\text{Ga}}=305$  К и  $T_L^{\text{Sn}}=505$  К – температуры плавления галлия и олова;  $T_{\text{Э1}}=293$  К (температура эвтектического превращения сплава Ga+8,5 мол.% Sn);  $R=8,31$  Дж/(моль · К).

Для эвтектического сплава Bi + 57 мол.%Sn:

$$b_{\text{Э}}^{\text{Bi}} = \exp\left[\frac{\Delta H_L^{\text{Bi}}}{R}\left(\frac{1}{T_L^{\text{Bi}}} - \frac{1}{T_{\text{Э2}}}\right)\right], \quad (3)$$

$$b_{\text{Э}}^{\text{Sn}} = \exp\left[\frac{\Delta H_L^{\text{Sn}}}{R}\left(\frac{1}{T_L^{\text{Sn}}} - \frac{1}{T_{\text{Э2}}}\right)\right], \quad (4)$$

где  $\Delta H_L^{\text{Bi}}$  – энтальпия плавления висмута (11,43 кДж/моль) ;  $T_L^{\text{Bi}}$  – температура плавления висмута ( $T_L^{\text{Bi}} = 545$  К),  $T_{\text{Э2}} = 412$  К (температура эвтектического превращения сплава Bi + 57 мол.% Sn).

Поскольку исследуемые эвтектические сплавы в метастабильном состоянии кристаллизуются с переохлаждением, то представлял интерес расчет активностей компонентов в жидких эвтектиках Ga + 8,5 мол.% Sn и Bi + 57 мол.%Sn на момент начала неравновесно-взрывной кристаллизации. Для расчета активностей использовали величины предкристаллизационных переохлаждений компонентов и сплавов ( $\Delta T_{np}^{\text{Ga}} = 34$  К,  $\Delta T_{np}^{\text{Sn}} = 12$  К,  $\Delta T_{np}^{\text{Bi}} = 15$  К,  $\Delta T_{np}^{\text{Э1}} = 26$  К;  $\Delta T_{np}^{\text{Э2}} = 12$  К).

Обозначим активности на границе метастабильности через  $\alpha_{\text{Э}}^{\text{Ga}}$ ,  $\alpha_{\text{Э}}^{\text{Sn}}$  (для эвтектики Ga + 8,5 мол.% Sn) и  $\beta_{\text{Э}}^{\text{Bi}}$ ,  $\beta_{\text{Э}}^{\text{Sn}}$  (для эвтектики Bi + 57 мол.% Sn). В таком случае уравнения (5–8) примут вид:

$$\alpha_{\text{Э}}^{\text{Ga}} = \exp\left[\frac{\Delta H_L^{\text{Ga}}}{R}\left(\frac{1}{T_{np}^{\text{Ga}}} - \frac{1}{T_{np}^{\text{Э1}}}\right)\right], \quad (5)$$

$$\alpha_{\text{Э}}^{\text{Sn}} = \exp\left[\frac{\Delta H_L^{\text{Sn}}}{R}\left(\frac{1}{T_{np}^{\text{Sn}}} - \frac{1}{T_{np}^{\text{Э1}}}\right)\right], \quad (6)$$

$$\beta_{\text{Э}}^{\text{Bi}} = \exp\left[\frac{\Delta H_L^{\text{Bi}}}{R}\left(\frac{1}{T_{np}^{\text{Bi}}} - \frac{1}{T_{np}^{\text{Э2}}}\right)\right], \quad (7)$$

$$\beta_{\Xi}^{Sn} = \exp\left[\frac{\Delta H_L^{Sn}}{R}\left(\frac{1}{T_{np}^{Sn}} - \frac{1}{T_{np}^{\Xi 2}}\right)\right]. \quad (8)$$

Значения активностей при квазиравновесной и неравновесной кристаллизации в жидких эвтектиках приведены в таблице.

Таблица

Активности  $a_{\Xi}^{Ga}$ ,  $a_{\Xi}^{Sn}$ ,  $\alpha_{\Xi}^{Ga}$ ,  $\alpha_{\Xi}^{Sn}$ ,  $b_{\Xi}^{Bi}$ ,  $b_{\Xi}^{Sn}$ ,  $\beta_{\Xi}^{Bi}$ ,  $\beta_{\Xi}^{Sn}$  в жидких эвтектиках систем Ga–Sn и Bi–Sn

$\Delta T_{np}^{\Xi}$ , К	$a_{\Xi}^{Ga}$	$a_{\Xi}^{Sn}$	$\alpha_{\Xi}^{Ga}$	$\alpha_{\Xi}^{Sn}$	$b_{\Xi}^{Bi}$	$b_{\Xi}^{Sn}$	$\beta_{\Xi}^{Bi}$	$\beta_{\Xi}^{Sn}$
0	0,9320	0,2996	–	–	0,4400	0,8140	–	–
$\Delta T_{np}^{\Xi 1}=26$	–	–	0,9735	0,2299	–	–	–	–
$\Delta T_{np}^{\Xi 2}=12$	–	–	–	–	–	–	0,4400	0,6560

Анализ расчетных данных из таблицы показал, что активность олова уменьшается ~20–23 % при переходе расплава в метастабильное состояние как в эвтектике системы Ga–Sn, так и системы и в эвтектике Bi–Sn. Активность галлия в переохлажденном состоянии увеличивается, а активность висмута – не изменяется.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Спосіб сумісного циклічного та диференційного термічного аналізу: пат. 83721 Україна: МПК G01N 25/02, G01N 25/20 / В. Д. Александров, В. А. Постніков, С. О. Фролова, С. В. Прокоф'єв; № а2000608831; заявл. 07.08.2006; опубл. 11.08.08, Бюл. № 15.
2. Александров В. Д. Влияние термовременной обработки жидкой фазы на кристаллизацию сплавов в системе Sn–Bi / В. Д. Александров, С. А. Фролова // Расплавы. Москва. 2003. № 3. С. 14–21.
3. Александров В. Д. Влияние перегрева расплава галлия на его переохлаждение при кристаллизации / В. Д. Александров, С. А. Фролова // Металлы. Москва. 2014. № 1. С. 19–24.
4. Глазов В. М. Основы физической химии. Учебное пособие для ВТУЗов. / В. М. Глазов. Москва : Высшая школа, 1981. 456 с.

***А. К. Вяткина<sup>\*</sup>, Т. Ш. Ахмедова***

Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС», г. Москва

<sup>\*</sup> *annakvyatkina@yandex.ru*,

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук *А. В. Кудря*

## **ВЫБОР МАСШТАБА ПОЛЯ ЗРЕНИЯ ПРИ ИЗМЕРЕНИИ ГЕОМЕТРИИ СТРУКТУР ТВЕРДЫХ СПЛАВОВ**

Зарубежные покрытия на рабочие органы сельскохозяйственной техники обладают более высоким комплексом свойств по сравнению с отечественными. Для получения отечественных аналогов необходимо накопление статистики измерения геометрии разнородных структур и последующее изучение механизмов их износа и разрушения. В этих целях эффективно использование быстрых компьютеризированных процедур. Для их метрологического обеспечения, в частности, важно оценить масштаб полей зрения, позволяющий получить воспроизводимые характеристики геометрии структуры.

*Ключевые слова:* твердые сплавы, градиентные структуры, неоднородные структуры, однородные структуры, компьютеризированные процедуры обработки изображений, масштаб поля зрения.

***А. К. Vyatkina, T. Sh. Akhmedova***

## **SELECTING THE SIZE OF THE FIELD OF VISION FOR MEASURING THE GEOMETRY OF HARD ALLOYS STRUCTURES**

Foreign hard surfacing, using in agricultural machinery have a higher complex of properties than domestic ones. To obtain domestic analogs, it is necessary to accumulate statistics on the measurement of the geometry of heterogeneous structures and the subsequent study of the mechanisms of their wear and tear. Therefore, it is effective to use fast computerized procedures. To make measurements correct, it is important to select the size of the fields of vision.

*Keywords:* hard alloys, gradient structures, heterogenous structures, homogenous structures, computerized procedures for image processing, field of vision.

В качестве объекта исследования были использованы изображения структур серийных твердых сплавов на основе железа и никеля, используемых в качестве наплавов на рабочие органы сельскохозяйственной техники. Структуры наплавов были получены на оптическом микроскопе Axio Observer D1m Carl Zeiss с оптическим увеличением 500 крат. Для исследования были получены панорамные

изображения покрытий в масштабах толщины образца («склейка» панорам была произведена в программе Tixomet).

В структуре наплавов наблюдалась выраженная градиентность – три слоя по её толщине (толщина наплавов варьировалась от 2,0 до 3,2 мм): периферийный, промежуточный и переходный. В этих слоях в свою очередь можно было наблюдать как однородную, так и мезонеоднородную структуры.

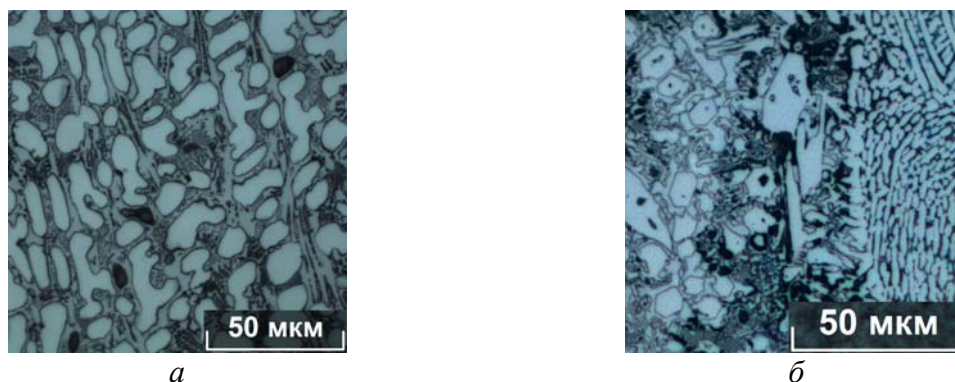


Рис. 1. Типичные изображения исследуемых структур твёрдых сплавов:  
*a* – однородная структура; *б* – неоднородная структура

Из каждой панорамы была выделены фрагменты изображения, отвечающие отдельным слоям градиентной структуры. Каждый из слоев был бинаризован. Уровень бинаризации определялся по точке перегиба на логарифмической зависимости площади объектов (карбидов, боридов, дендритов итд), от их периметра, полученной при последовательном варьировании порога бинаризации изображения в 256 оттенках серого с шагом  $k = 1$  [1]. Далее проводилось последовательное увеличение площади анализируемого поля зрения в одном или в двух направлениях.

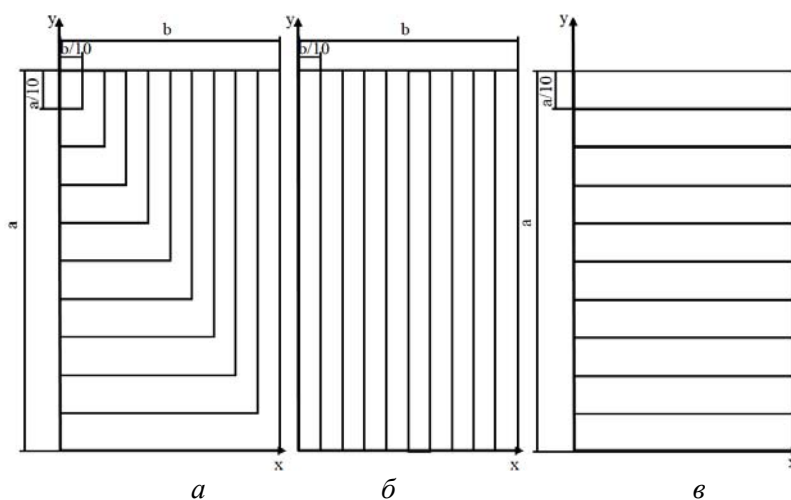


Рис. 2. Последовательность увеличения площади поля зрения изображения структуры:  
*a* – в направлении  $x$  и  $y$ ; *б* – в направлении  $x$ , при постоянном  $y$ ;  
*в* – в направлении  $y$ , при постоянном  $x$

При использовании способа *a* (рис. 2 (*a*)), панорама была нарезана в 4 направлениях, берущих начало в точках *A*, *B*, *C* и *D*, соответственно (рис. 3).



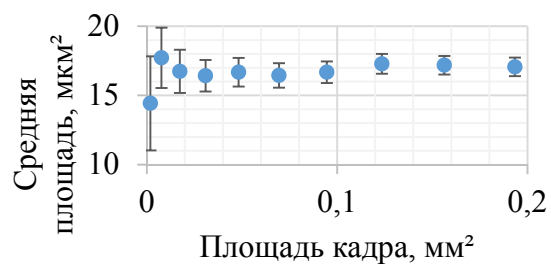
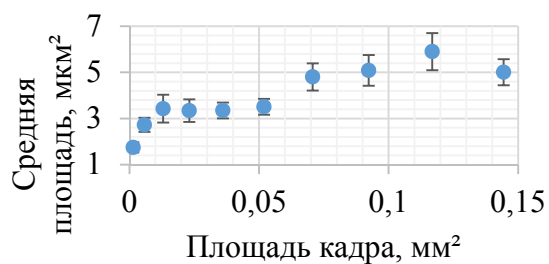
Рис. 3 Схематичное изображение исследуемого образца

Каждый из полученных кадров был обработан при помощи компьютеризированных процедур [2, 3], с целью получения зависимости площади белых объектов, их анизотропии и плотности, доли белого в кадре, от размера кадра и поля зрения. (рис. 4).

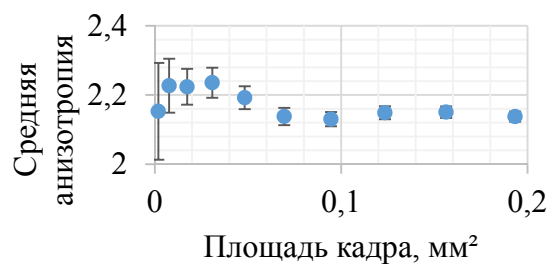
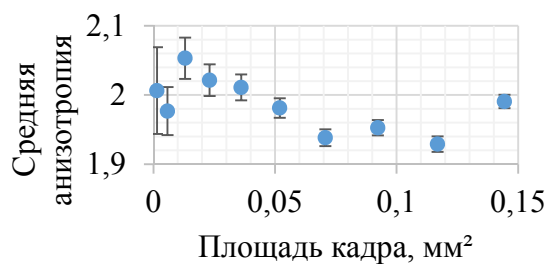
Для однородных микроструктур твердых сплавов выявлено существование минимального размера кадра для обеспечения получения воспроизводимых геометрических характеристик его структуры (при обоих способах варьирования площади кадра). Для структур с выраженной микроструктурной неоднородностью выхода геометрических характеристик на насыщение не наблюдалось, по крайней мере, в масштабах толщины наплавки. Это означает, что объективное измерение такого рода структур возможно в масштабах наплавки.

Полученные результаты в целом указывают на необходимость учета размера кадра как одной из характеристик метрологического обеспечения компьютеризированных процедур измерения структур в материаловедении, что существенно не только для сталей, но и для твердых сплавов, используемых в качестве наплавки на рабочие органы сельскохозяйственной техники. Полученные результаты могут быть также полезны при анализе закономерностей строения изломов в целях оценки риска преждевременного разрушения и износостойкости твердых сплавов как среды с разнородной структурой.

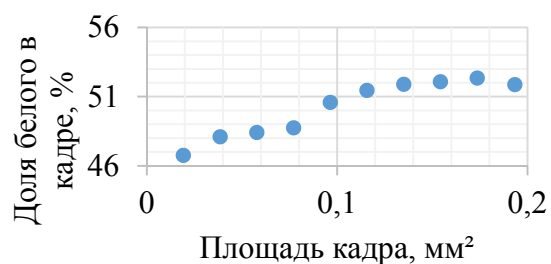
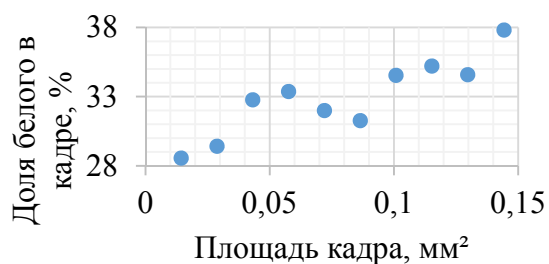




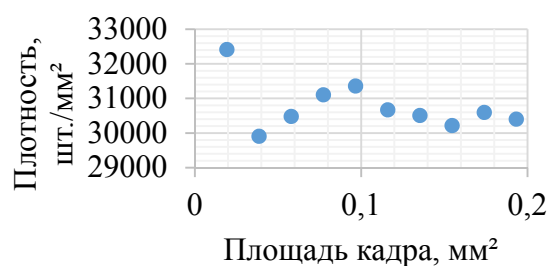
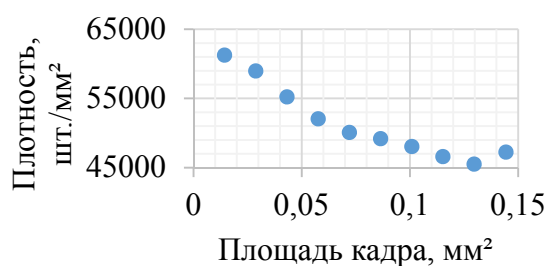
*a*



*б*



*в*



*г*

Рис 4. Зависимость исследуемых параметров от размера кадра для мезонеоднородных и однородных структур соответственно: *a* – площадь белого (схема вырезки *a*); *б* – анизотропия белых объектов (схема вырезки *a*); *в* – доля белого в кадре (схема вырезки *б*); *г* – плотность белых объектов (схема вырезки *в*)

## ЛИТЕРАТУРА

1. Соколовская Э. А. О воспроизводимости результатов измерений структур и изломов с использованием компьютеризированных процедур / Э. А. Соколовская // Вопросы материаловедения. 2013. № 4. С. 143–153.
2. Неоднородность структур и разрушение твердых сплавов на основе железа и их измерение / А. В. Кудря [и др.] // Электromеталлургия. 2017. № 6. С. 32–40.
3. Использование компьютеризированных процедур для оценки неоднородности структур твердых сплавов / А. В. Кудря [и др.] // Metallurg. 2016. № 12. С. 77–80.

**П. В. Захаров<sup>1\*</sup>, А. М. Ерёмин<sup>1</sup>, М. Д. Старостенков<sup>2</sup>**

<sup>1</sup> Алтайский государственный гуманитарно-педагогический университет имени В. М. Шукшина, г. Бийск

<sup>2</sup> Алтайский государственный технический университет им. И. И. Ползунова, г. Барнаул

\* zakharovpvl@rambler.ru

## ДИСКРЕТНЫЕ БРИЗЕРЫ НА СВОБОДНОЙ ЦИЛИНДРИЧЕСКОЙ ПОВЕРХНОСТИ КРИСТАЛЛА $Pt_3Al$

Методом молекулярной динамики изучено влияние свободной цилиндрической поверхности кристалла  $Pt_3Al$  на характеристики дискретного бризера с мягким типом нелинейности. Проведена сравнительная характеристика свойств бризера в объеме кристалла и вблизи поверхности. Получены энергетические характеристики бризеров.

*Ключевые слова:* дискретный бризер, квази-бризер, молекулярная динамика, lammps, нелинейная динамика, солитон.

***P. V. Zakharov, A. M. Eremin, M. D. Starostenkov***

## DISCRETE BREATHERS ON A FREE CYLINDRICAL SURFACE OF $Pt_3Al$ CRYSTAL

The influence of the free cylindrical surface of the  $Pt_3Al$  crystal on the characteristics of a discrete breather with a soft type of nonlinearity is studied by the molecular dynamics method. A comparative characteristic of the properties of the breather in the volume of the crystal and near the surface is given. The energy characteristics of the breathers have been obtained.

*Keywords:* discrete breather, quasi-breather, molecular dynamics, lammps, nonlinear dynamics, soliton.

### **Введение**

Дискретные бризеры (ДБ) – локализованные в пространстве и периодические по времени высокоамплитудные возбуждения в нелинейных дискретных структурах с трансляционной симметрией [1]. Существуют экспериментальные свидетельства возникновения таких локализованных возбуждений в различных физических системах, включая решетки спинов в антиферромагнетиках [2], решетки связанных нелинейных оптических волноводов [3], ансамбли микромеханических осцилляторов. Применение подобных систем в качестве элементной базы перспективных радиочастотных фильтров, магнетометров и других устройств обуславливает не только фундаментальный, но и прикладной интерес к бризерам.

Дискретные бризеры можно разделить на два типа по характеру зависимости их частоты от амплитуды [4]. У дискретных бризеров мягкого типа частота уменьшается с увеличением его амплитуды (такие дискретные бризеры могут существовать только в кристаллах, имеющих щель в фононном спектре: их частота лежит в щели фононного спектра и поэтому их называют щелевыми), а у дискретных бризеров жесткого типа происходит обратное (они могут иметь частоты, как в щели, так и выше фононного спектра). Дискретные бризеры с мягким типом нелинейности могут возбуждаться в биатомных кристаллах, например, в  $\text{NaCl}$ ,  $\text{Pt}_3\text{Al}$  [5–6], а также в графене и графене. Бризеры с жестким типом нелинейности существуют в чистых металлах с ГЦК-, ОЦК-, ГПУ-структурах. При рассматривании ДБ в различных кристаллах чаще всего речь идет об их свойствах в «идеальных» решетках, без каких либо дефектов структуры. Однако очевидным является и тот факт, что дефекты и различные неоднородности среды оказывают влияние на характеристики таких объектов. В последние несколько лет появился ряд работ, где изучаются взаимодействия ДБ с точечными дефектами в кристаллах [7–8].

В данной работе предпринята попытка исследования дискретных бризеров с мягким типом нелинейности вблизи цилиндрической поверхности кристалла стехиометрического состава  $\text{A}_3\text{B}$ , на примере  $\text{Pt}_3\text{Al}$ . Как показано в наших предыдущих работах в данном кристалле возможно существование дискретных бризеров, при этом ДБ с мягким типом нелинейности могут возбуждаться спонтанно при высоких температурах, либо при периодическом воздействии на кристалл с частотами, близкими к частотам ДБ, кроме этого показано [8] возможность возбуждения таких объектов потоком высокоэнергетических частиц. Тем самым исследование ДБ вблизи различных форм поверхностей видится актуальным и полезным при поиске их в реальных экспериментах.

### **Модель и методика эксперимента, а также основные результаты**

Моделирование проводилось с использованием пакета молекулярной динамики LAMMPS [9]. Рассматриваемая модель представляла собой объемный ГЦК кристалл  $\text{Pt}_3\text{Al}$  (рис. 1). Количество частиц в рассматриваемой модели 102624.

Для моделирования межатомного взаимодействия использовался потенциал полученный методом погруженного атома (ЕАМ). В вычислительной химии модель погружённого атома используется для приближенного описания энергии взаимодействия между двумя атомами. ЕАМ потенциал генерировался для данного сплава с использованием программного обеспечения предложенного Zhou [10]. Выбор потенциала и обоснованность его использования для конкретной задачи является важным этапом при моделировании. Полная энергия  $E$  кристалла может быть выражена как

$$E = \frac{1}{2} \sum_{i,j,i \neq j} \varphi_{ij}(r_{ij}) + \sum_i F_i(\rho_i), \quad (1)$$

где  $\varphi_{ij}$  представляет парную энергию между атомами  $i$  и  $j$  отделенными друг от друга расстоянием  $r_{ij}$ , а  $F_i$  энергия вложения связанная с вложенным атомом  $i$  в локальном местоположении с электронной плотностью  $\rho_i$ . Электронная плотность можно рассчитать по формуле  $\rho_i = \sum_{j,j \neq i} f_j(r_{ij})$ , где  $f_j(r_{ij})$  - электронная плотность на участке атома  $i$  находящегося на расстоянии  $r_{ij}$  от атома  $j$ .

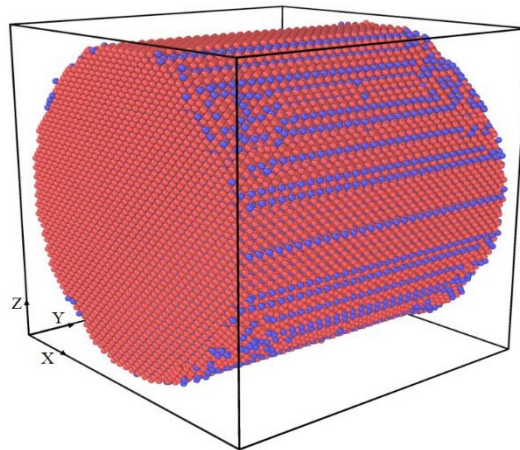


Рис. 1. Объемный вид цилиндрического кристалла  $\text{Pt}_3\text{Al}$ , содержащего 102624 частиц, ось  $X$  ориентирована вдоль кристаллографического направления  $\langle 100 \rangle$ ,  $Y - \langle 010 \rangle$ ,  $Z - \langle 001 \rangle$

Потенциалы, применяемые в этой модели, хорошо подогнаны к основным свойствам материалов, таким как постоянные решетки, упругие постоянные, объемные модули, энергии образования вакансий и энергии сублимации, и они дают достаточно хорошие решения [10].

Процесс подготовки модели состоял из первоначальной релаксации кристалла со свободными граничными условиями вдоль всех осей при температурах 500 К с последующим охлаждением до 0 К, что позволяло исключить влияние тепловых колебаний на бризеры в кристалле.

При отклонении атома Al на рис. 2а вдоль вертикальной оси  $Z$  он через несколько пс передает свою энергию атому под ним и затухает сам.

При возбуждении этого же атома Al вдоль горизонтальной оси  $X$  он через несколько пс передает свою энергию соседним атомам и затухает сам, энергия рассеивается, ДБ не появляются. При отклонении атома на рис.2б вдоль вертикальной оси  $Z$  он порождает ДБ.

При отклонении атома на рис. 2б вдоль вертикальной оси  $Z$  он порождает ДБ.

При возбуждении этого же атома вдоль горизонтальной оси  $X$  он через несколько пс начинает колебаться по диагонали  $XZ$  – порождает ДБ.

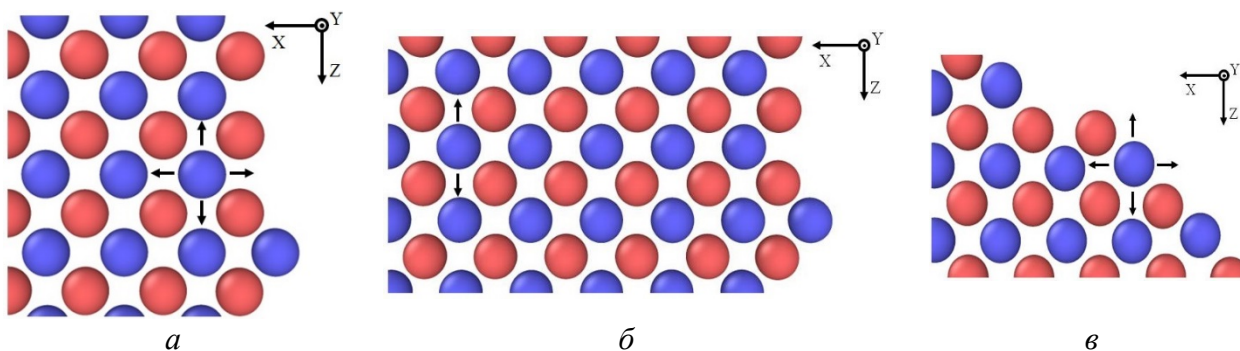


Рис. 2. Направления отклонения атом Al из стационарного положения

При отклонении атома 1 на рис. 3а вдоль вертикальной оси  $Z$  он через несколько пс передает свою энергию соседним атомам и затухает сам.

При возбуждении этого же атома вдоль горизонтальной оси  $X$  он через несколько пс передает свою энергию атому 2 и затухает сам, атом 2 начинает колебаться по диагонали  $XZ$  – порождает ДБ. Расположенный в симметричной относительно горизонтальной оси четверти атом 1 также возбуждает ДБ из атома 2. При отклонении атомов на рис. 3б и рис. 3с вдоль вертикальной оси  $Z$  и вдоль горизонтальной оси  $X$ , эти атомы затухают. Все атомы Al отклонялись на  $0,75 \text{ \AA}$ .

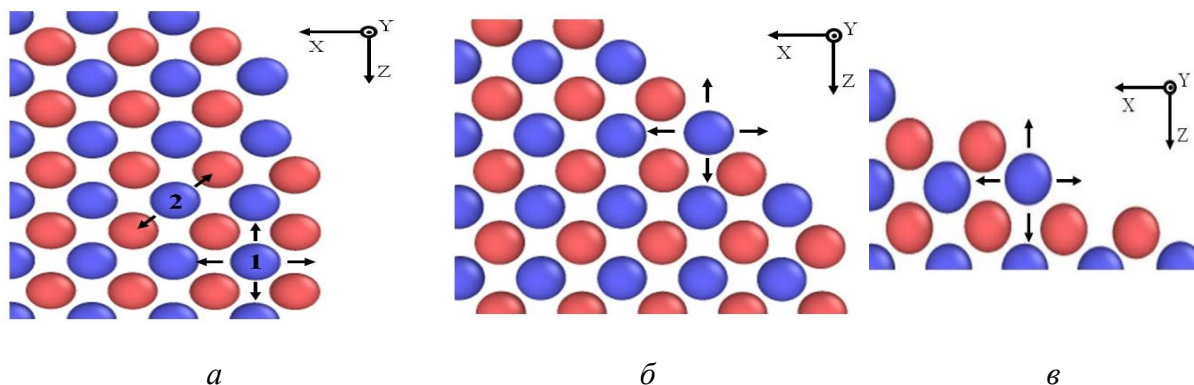


Рис. 3. Направления отклонения атом Al из стационарного положения

Обсудим возможность возбуждения дискретного бризера непосредственно на цилиндрической поверхности кристалла. В результате релаксации и наличия свободных граничных условий верхний слой атомов несколько деформируется и атомы тяжелой подрешетки смещаются вглубь, а атомы легкой наоборот выпирают наружу. Все это приводит к нарушению симметрии и, как оказалось, существенно влияет на возможность колебаний квази-бризера вдоль поверхности кристалла. Получить долгоживущую моду вдоль поверхности не удалось. Колебания оказывались не устойчивыми и достаточно быстро колебательная энергия рассеивалась, ввиду расфокусировки колебаний. Попытки возбудить ДБ,

направление колебания которого поляризованы перпендикулярно поверхности, оказались более успешны. Полученная мода оказалась долгоживущей, по крайней мере, более 1000 периодов колебаний.

*Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (Проект № 16-12-10175).*

## ЛИТЕРАТУРА

1. Observation of locked intrinsic localized vibrational modes in a micromechanical oscillator array / M. Sato [et al.] // Physical Review Letters. 2003. V. 90, № 4. P. 044102.
2. Wave motions along lattices with nonlinear on-site and inter-site potentials. cooperation and/or competition leading to lattice solitons and/or discrete breathers / M. G. Velarde [et al.] // Proceedings of the Estonian Academy of Sciences. 2015. T. 64. № 3. С. 396–404.
3. Долгов А. С. Локализация колебаний в нелинейной кристаллической структуре / А. С. Долгов // Физика твердого тела. 1986. Т. 28. № 6. С. 1641.
4. Chechin G. M. Quasibreathers as a generalization of the concept of discrete breathers / G. M. Chechin, G. S. Dzhelauhova, E. A. Mehonoshina // Physical Review E. 2006. 74. P. 036608.
5. Динамика дискретных бризеров в кристалле / М. Д. Старостенков [и др.] // Известия высших учебных заведений. Физика. 2015. Т. 58, № 9. С. 136–140.
6. Квази-бризерные состояния в кристалле  $A_3B$  при наличии точечных дефектов / П. В. Захаров [и др.] // Фундаментальные проблемы современного материаловедения. 2015. Т. 12, № 2. С. 146–152.
7. Захаров П. В. Дискретные бризеры в кристалле  $CuAu$  / П. В. Захаров [и др.] // Письма о материалах. 2016. № 6(4). С. 29–299.
8. Возбуждение щелевых дискретных бризеров в кристалле состава  $A_3B$  потоком частиц / П. В. Захаров [и др.] // Физика твердого тела. 2017. Т. 59. № 2. С. 217–222.
9. LAMMPS Molecular Dynamics Simulator [Электронный ресурс]: Официальный сайт. URL: <http://lammps.sandia.gov/> (дата посещения: 04.08.2017).
10. Zhou X. W. Misfit-energy-increasing dislocations in vapor-deposited  $CoFe/NiFe$  multilayers / X. W. Zhou, R. A. Johnson, H. N. G. Wadley // Physical Review B. 2004. 69. P. 144113.

***А. А. Ершов<sup>1\*</sup>, Ю. Н. Логинов<sup>2</sup>, Н. Н. Загиров<sup>3</sup>, Е. В. Иванов<sup>3</sup>***

<sup>1</sup> Группа компаний «ПЛИМ Урал»,

<sup>2</sup> Уральский федеральный университет имени первого Президента Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург,

<sup>3</sup> Сибирский федеральный университет, г. Красноярск

\* *ssmerchh@mail.ru*

Научные руководители – проф., д-р техн. наук *Ю. Н. Логинов*,

доц., канд. техн. наук *Н. Н. Загиров*

## КОНЕЧНО-ЭЛЕМЕНТНЫЙ АНАЛИЗ ПРОЦЕССА ПРОКАТКИ-ПРЕССОВАНИЯ

Методом конечных элементов поставлена и решена задача описания напряженно-деформированного состояния совмещенного процесса прокатки – прессования. Определено распределение степени деформации в обработанной заготовке. Выявлен высокий уровень проработки металла. Обращено внимание на наличие неоднородности деформации вдоль радиуса обработанной заготовки.

*Ключевые слова:* совмещенный процесс прокатки – прессования, степень деформации, неоднородность деформации, метод конечных элементов, QForm.

***A. A. Ershov, Yu. N. Loginov, N. N. Zagirov, E. V. Ivanov***

## FINITE-ELEMENTAL ANALYSIS OF THE PROCESS OF ROLLING-EXTRUDING

The finite element method was used to solve and solve the problem of describing the stress-strain state of a combined rolling-extruding process. The distribution of the strain in the processed billet is determined. A high level of degree of deformation has been revealed. Attention is drawn to the presence of inhomogeneity of deformation along the radius of the processed billet.

*Keywords:* combined rolling-extruding process, strain, inhomogeneity of deformation, finite element method, QForm.

За последние годы метод совмещенной прокатки-прессования (СПП), основанный на применении двух валков в отличие от метода CONFORM, получил развитие и достаточно подробно описан в ряде публикаций, например, в [1]. Цель настоящей работы заключалась в реализации математического моделирования процесса СПП на уровне определения напряженно-деформированного состояния металла в очаге деформации.



Схема процесса в отображении постановки задачи программным модулем QFORM приведена на рис. 1, а. Заготовка поступает в калибр, образованный валком с гребнем и валком с ручьем. На пути ее перемещения установлена матрица. Напряжениями трения, создаваемым валками, заготовка продавливается в отверстие матрицы с получением готового изделия. Для решения задачи заданы следующие параметры и граничные условия. Катающие радиусы соответственно первого и второго валков  $R_1$  и  $R_2$  равны 53,5 мм и 40,5 мм. Ширина калибра 15 мм, минимальный зазор между валками 7 мм, высота зеркала матрицы 22 мм, диаметр прессуемого прутка 9 мм, длина калибрующего пояса матрицы равна 2 мм, угол зеркала матрицы  $90^\circ$ , начальная высота заготовки 14 мм, начальная ширина заготовки 14 мм.

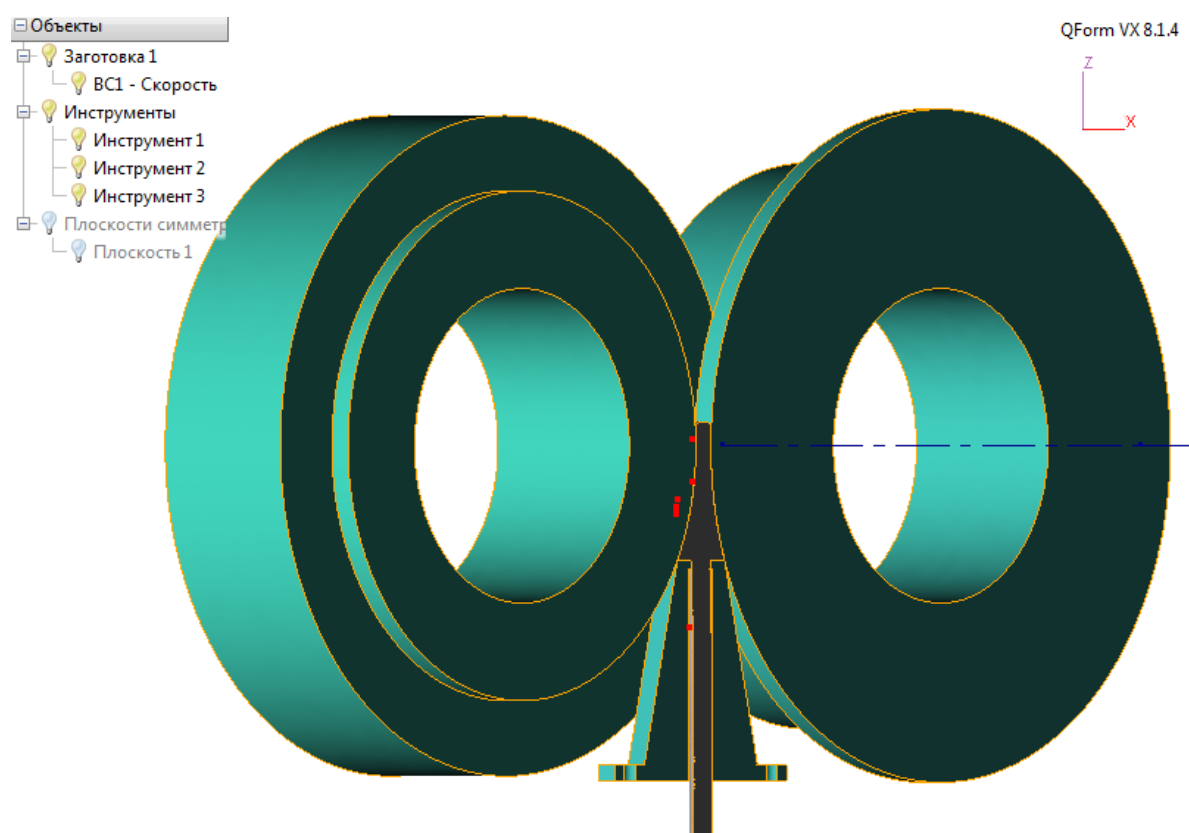


Рис. 1. Схема процесса прокатки-прессования в отображении постановки задачи QFORM

Математическое моделирование процесса выполняли в программе QFORM V8 (ООО «КванторФорм») в 3D постановке с наличием одной плоскости симметрии. Процесс представляет собой операцию деформирования заготовки с учетом теплопередачи (осуществляется теплообмен между заготовкой и инструментами и между заготовкой и окружающей средой).

Материал заготовки – алюминиевый сплав АД 31, механические свойства заимствованы из базы данных программы QFORM V8. Заданы

следующие параметры: плотность материала  $2730 \text{ кг/м}^3$ , теплопроводность  $130 \text{ Вт/м}^\circ\text{К}$ , теплоемкость  $960 \text{ Дж/кг}^\circ\text{К}$ . Исходная температура заготовки  $450^\circ\text{С}$  (без учета охлаждения заготовки при переносе от печи к стану).

Инструмент в данном варианте постановки задан как жесткое недеформируемое тело. Скорость вращения валков задана  $10 \text{ об/мин}$ . В качестве смазки задан материал с показателем трения  $0,8$  (для всех поверхностей) и коэффициентом теплопередачи (при контакте заготовки и инструментов)  $100\,000 \text{ Вт/м}^2 \text{ }^\circ\text{К}$ . Исходная температура инструментов  $200^\circ\text{С}$ . Более подробно постановка задачи описана в статье [2].

На рис. 2 показано распределение степени деформации при прокатке – прессовании, полученное в результате решения краевой задачи.

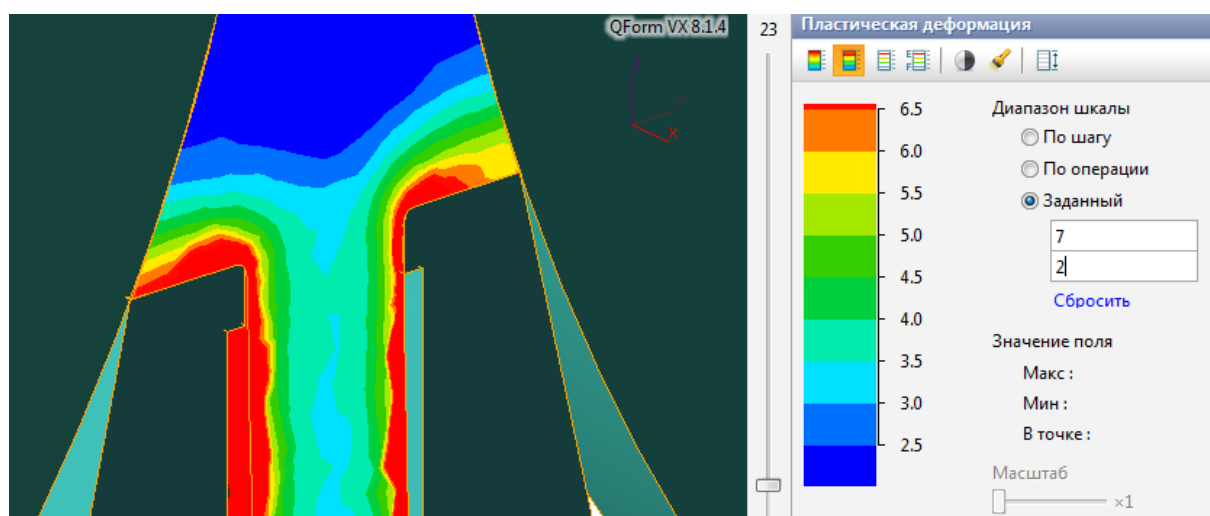


Рис. 2. Распределение степени деформации на выходе прутка из матрицы

Видно, что наибольшая степень деформации на уровне  $6...6,5$  достигается на периферии отпрессованного изделия. В центре степень деформации составляет величину  $3,3...3,5$ . Таким образом, выявлена довольно значительная неравномерность деформации, составляющая двукратную величину. Вместе с тем общий интервал степени деформации в диапазоне  $3,3...6,5$  говорит о высокой степени пластической проработки материала.

Отмеченный факт может быть учтен как рычаг управления структурой металла. Кроме того, повышенный уровень пластической деформации может быть востребован в процессах обработки пористых заготовок для интенсификации уплотнения материала. Известно, что повышение уровня сдвиговых деформаций в процессах обработки металлов давлением приводит к увеличению уровня деформаций объема [3, 4].

Кроме распределения степени деформации получены поля распределения скоростей перемещений, скоростей деформаций,

эквивалентных и средних (гидростатических) напряжений. Это позволило оценить места локализации этих параметров.

Практическая значимость работы заключается в установлении возможности расширения сферы применения метода совместной обработки заготовок прокаткой-прессованием в сторону обработки некомпактных сред, в том числе стружки, эффективность чего показана в работах [5, 6].

Выводы. Расчеты напряженно-деформированного состояния совмещенного процесса прокатки-прессования приводят к выводу о значительной степени проработки в данной схеме обработки металла. Выявлен также ощутимый уровень неоднородности степени деформации по радиальной координате.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Получение проволоки с волокнистой структурой из стружки сплава АД31 на основе реализации способа совмещенной прокатки-прессования / Н. Н. Загиров [и др.] // Обработка сплошных и слоистых материалов. 2012. № 38. С. 10–15.
2. Моделирование уплотнения пористого материала в совмещенном процессе прокатки-прессования / А. А. Ершов [и др.] // Metallurg. 2016. № 6. С. 14–17.
3. Логинов Ю. Н. Исследование деформированного состояния заготовки при кручении в закрытом контейнере / Ю. Н. Логинов, Н. Н. Загиров, А. А. Богатов // Известия высших учебных заведений. Черная металлургия. 1987. № 12. С. 45–49.
4. Логинов Ю. Н. Об уравнениях связи напряжений и деформаций для сжимаемого жестко-пластического материала / Ю. Н. Логинов, Н. Н. Шарафутдинов, В. Л. Колмогоров // Технология легких сплавов. 1977. № 4. С. 20–25.
5. Получение проволоки с волокнистой структурой из стружки сплава АД31 на основе реализации способа совмещенной прокатки-прессования / Н. Н. Загиров [и др.] // Обработка сплошных и слоистых материалов. 2012. № 38. С. 10–15.
6. Технологические основы получения материалов и изделий из сыпучих стружковых отходов меди и ее сплавов методами обработки давлением: монография / Н. Н. Загиров, Ю. Н. Логинов. Красноярск, СФУ. 2015. 171 с.

**Д. А. Воробьев<sup>\*</sup>, А. В. Кудря**

Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС» г. Москва

<sup>\*</sup>*Vorobyev@misis.ru*

## ИСПОЛЬЗОВАНИЕ ПРИЕМОВ КОГНИТИВНОЙ ГРАФИКИ ПРИ «РАСКОПКАХ ДАННЫХ» БАЗ ДАННЫХ ПРОИЗВОДСТВЕННОГО КОНТРОЛЯ В МЕТАЛЛУРГИИ

В данной исследовательской работе были сопоставлены возможности различных приёмов когнитивной графики для контроля процесса и продукта в черной металлургии с целью управления качеством продукции без изменения технологии по существу. Использование предложенных подходов показало высокую эффективность для поиска существенных закономерностей в системе «управляющие параметры – свойства».

*Ключевые слова:* черная металлургия, когнитивная графика, большие данные.

**D. A. Vorobyev, A. V. Kudrya**

## USING COGNITIVE GRAPHICS ACCEPTANCE AT DATA MINING DATABASES OF INDUSTRIAL CONTROL IN METALLURGY

In this research work have been compared the possibilities of different methods of cognitive graphics for process control and product in the steel industry for the purpose of quality control of production without substantive changes of technology. Using the proposed approach has shown high efficiency to find significant of regularities in the system of "control parameters - property".

*Keywords:* ferrous metallurgy, cognitive graphics, big data.

Неоднородность качества металлопродукции – следствие многообразия сценариев эволюции структур и дефектов в рамках даже хорошо отлаженного технологического процесса. Однако отсутствие единого пространства параметров в металлургии ограничивает применение классической статистики для поиска критических факторов технологии и использование принципа управления качеством металла «по возмущению» на основе ретроспективного анализа заводских баз данных.

Для поиска областей с доминирующим типом зависимости эффективными могут стать сложные эвристические приемы когнитивной графики (наглядное представление неочевидных зависимостей в графической форме).

Их использование не получило пока еще широкого применения в металлургии, в связи с чем представляет интерес оценка их практических возможностей.

Зачастую перед исследователем стоит проблема подхода к анализу данных, выраженная в «отделении зерен от плевел», то есть в выборе наиболее информативных сдаточных характеристик. Например, в базе данных по стали 17Г1С-У, каждому исследуемому листу соответствует три испытания по ударной вязкости, поэтому возникает закономерный вопрос о выборе наиболее информативных значений и о целесообразности третьего испытания в целом. Для этого были построены соответствующие соотношения средних значений по двум и трем значениям ударной вязкости между средними значениями по трем и двум (максимальному и минимальному) (рис.1а) и для исключения вероятности, того, что одно из трех значений смещено в сторону другого, между трем и двумя случайным.

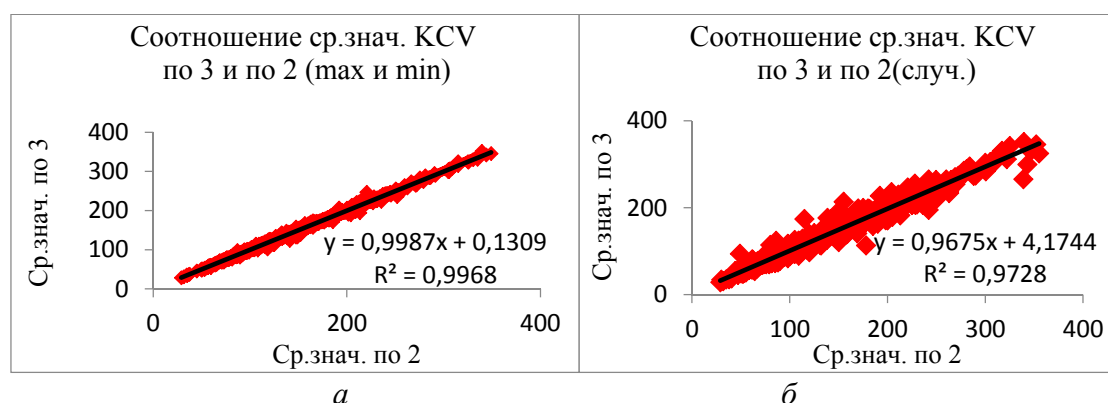


Рис. 1. Соотношения средних значений ударной вязкости: а – между средними значениями по трем и средним значениям по 2 (максимальному и минимальному) б – между средними значениями по трем и средним значениям по 2 (случайные два значения из трех)

Результат показал, что использование третьего значения ударной вязкости не даст дополнительной информативности и только затруднит дальнейший анализ. Более того, в дальнейшем предприятие может отказаться от использования трех исследований ударной вязкости, что сократит время исследования и снизит его стоимость, что в конечном итоге снизит себестоимость продукции.

Сокращение значений ударной вязкости до двух, позволяет оценить размах значений ударной вязкости, что так же позволит оценить степень неоднородности качества продукции. Оценка по среднему, в отличие размаха, зачастую не дает достоверного уровня неоднородности, поскольку для одинаковых значений среднего, значение размаха может отличаться на порядок, что проиллюстрировано на рис. 2.

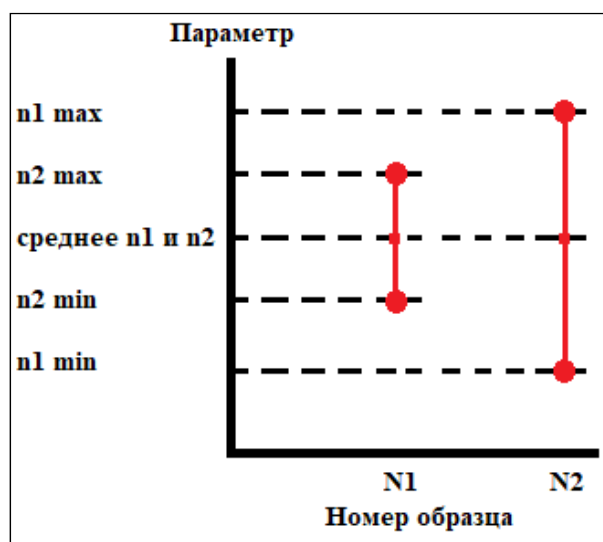


Рис. 2. Совпадение среднего значение параметра при различном размахе

Иногда перед исследователем стоит задача выбрать один из двух параметров размаха для использования в дальнейшем анализе. Для этого можно воспользоваться коэффициентом вариации (отношение размаха и минимального/максимального значения). Например, в базе данных по стали 38ХНЗМФА-Ш график зависимости нормированных размахом (дельтой) максимальных и минимальных значений в плавках получился следующим:

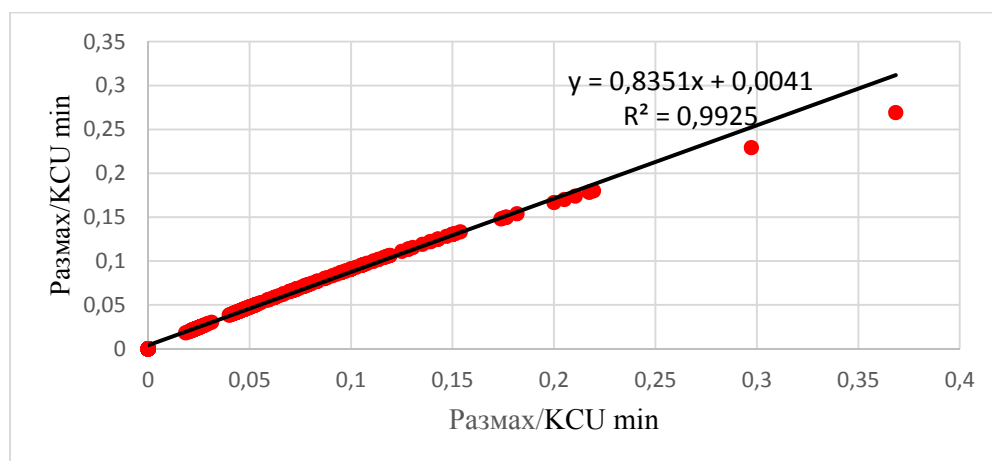


Рис. 3. Зависимость нормированных размахом максимальных и минимальных значений в плавках стали 38ХНЗМФА-Ш

Из графика видно, что некоторые точки лежат ниже линии тренда. Это связано с тем, что в некоторых плавках размах достигает высоких значений. Большие значения размаха свидетельствуют о том, что в плавках некоторые значения минимума уменьшаются, и некоторые значения максимума увеличиваются. На основании этого можно сделать вывод, что

отклонение нормированных значений дельта в равной степени зависит и от уменьшения минимальных значений, и от увеличения максимальных значений.

Для того, чтобы проанализировать в какой поковке дельта была максимальной был построен график зависимости дельты от номера поковки (рис. 5)

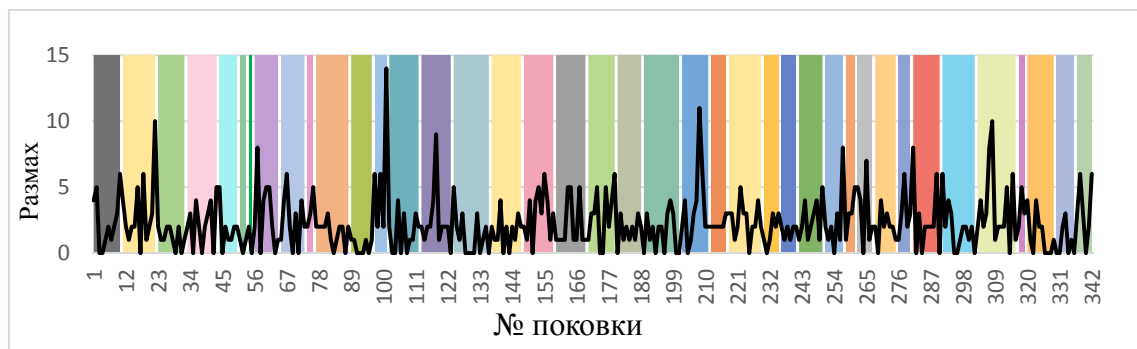


Рис. 4. График зависимости размаха от номера поковки и номера порядкового номера плавки стали 38ХНЗМФА-Ш

Из графика видно, в каких поковках наблюдаются скачки значения размаха. Этот анализ показал, что тренд на снижение качества выражен в минимальных значениях ударной вязкости, поэтому дальнейший анализ в данной базе данных предпочтительнее проводить по минимальным значениям.

В целом, опыт использования разнообразных приемов когнитивной графики при «раскопках данных» производственного контроля в металлургии показал их высокую эффективность во всем процессе анализа данных. Методы когнитивной графики позволили выявить наиболее информативные характеристики для анализа, дали оценку неоднородности, показали низкую эффективность классических методов и показали положительный результат для поиска существенных закономерностей в системе «управляющие параметры – свойства». Но также следует отметить, что успешное применение этих приемов основывается на понимании природы анализируемого объекта и выборе адекватных статистических процедур.

## ЛИТЕРАТУРА

7. О возможности управления качеством металла на основе «раскопок данных» производственного контроля / А. В. Кудря [и др.] // Электрометаллургия. 2013. № 11. С. 28–34.
8. Кудря А. В. Возможности и перспективы информационных технологий в управлении качеством металла / А. В. Кудря // Электрометаллургия. 2002. № 9. С. 35–42.

УДК 621.762

**А. А. Фомин\***

ООО «ЕЗ ОЦМ – Инжиниринг», г. Верхняя Пышма

\**exile666@inbox.ru*

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук Ю. Н. Логинов

## МОДЕЛИРОВАНИЕ МНОГОРЯДНОЙ ЛИСТОВОЙ ШТАМПОВКИ ПРИ ОТСУТСТВИИ СИММЕТРИИ ПЛАСТИЧЕСКОГО ТЕЧЕНИЯ МЕТАЛЛА

Выполнено моделирование многорядной листовой штамповки при отсутствии симметрии пластического течения металла. Применен метод конечных элементов. Схема пластического течения имеет аналог в виде технологии штамповки днищ платиновых стеклоплавильных установок. Сделаны выводы о характере напряженного состояния, а также о взаимном влиянии рядом расположенных рядов.

*Ключевые слова:* листовая штамповка, пластическая деформация, платина, стеклоплавильные аппараты.

**A. A. Fomin**

## THE SIMULATION OF MULTI-ROW SHEET STAMPING WITHOUT THE SYMMETRY OF PLASTIC METAL FLOW

The simulation of multi-row sheet stamping without the symmetry of plastic metal flow is performed. The finite element method is applied. The scheme of plastic flow has an analog in the form of technology for stamping the bottoms of platinum glass melting bushings. Conclusions are drawn about the nature of the stress state, and also about the mutual influence of a number of arranged rows.

*Keywords:* sheet stamping, plastic deformation, platinum, glass melting bushings.

Использование платины в промышленности обусловлено её уникальными свойствами: сопротивлению высокотемпературной коррозии и окислению в контакте с оксидными материалами при высоких температурах. Одно из важных направлений в промышленности благородных металлов является применение сплавов платины в производстве аппаратов для изготовления стеклянного и базальтового волокна. Стеклоплавильный аппарат представляет собой емкость для размещения расплава стекла или базальта, выполненную из тугоплавкого листового материала – платинородиевого сплава.

Цельноштампованные фильерные днища таких аппаратов обладают рядом преимуществ, в том числе создается возможность более плотной



упаковки фильер на фильерном поле. Вместе с тем, плотная упаковка фильер создает ряд технологических проблем, одна из которых – поддержание симметричного исполнения каждой фильеры с обеспечением необходимой размерной точности. Необходимая форма отверстия обеспечивается при этом направленным пластическим течением металла. Частично технология формования днищ стеклоплавильных сосудов описана в статье [1].

Схема формоизменения указанного вида имеет аналоги в виде краевых задач вдавливания слоя пластичного материала в отверстие или деформации заготовки в щелевом штампе [2]. Применительно к деформации платины и ее сплавов методом листовой штамповки решались задачи глубокой вытяжки при формовании жаропрочных тиглей [3, 4], а также определялись граничные условия деформации в других процессах обработки давлением [5]. Определены свойства платины в холодном состоянии при переборе температур отжига и степеней деформации [6].

Для материала инструмента, изготовленного из стали заданы известные параметры плотности и упругих свойств в виде модуля Юнга и коэффициента Пуассона. Для материала заготовки плотность равна  $21450 \text{ кг/м}^3$ , модуль Юнга =  $170000 \text{ МПа}$ , коэффициент Пуассона =  $0,37$ . Пластические свойства платины заданы степенной зависимостью Людвига. Для идентификации свойств деформируемого материала использованы данные работы [7]. Свойства металлов приняты изотропными.

В предыдущих постановках задачи не учтен факт отсутствия симметрии при нагружении материала. По существу, обычная краевая задача затекания металла в щелевой штамп превращается в задачу с подпором. Известно, что наличие бокового подпора в способах кузнечной осадки увеличивает уровень средних (гидростатических) напряжений [8], что, в свою очередь, в общем случае повышает пластичность металла, а в данном конкретном случае, кроме того, позволяет добиться более полного заполнения ручьев штампа. Вместе с тем, возникает картина несимметричного действия напряжений подпора – они действуют только с одной стороны, поэтому заполнение штампа должно оказаться также несимметричным. Для проверки такого положения осуществлена постановка задачи в программном комплексе DEFORM. В штампе предусмотрено два отверстия для заполнения металлом, что позволяет оценить взаимное влияние рядом расположенных ручьев. Применено граничное условие – равенство нулю горизонтального перемещения металла в левом направлении.

Как видно из решения задачи (рис. 1), для такого случая деформации характерна несимметричная картина заполнения ручья: наличие пологой выпуклости слева и более крутой выпуклости справа. Такая несимметричность создает дополнительные трудности в последующих

операциях обработки изделия, поэтому нежелательна. Кроме того, выявлена неоднородность распределения эквивалентных напряжений как по каждому из заполняемых объемов, так и между двумя ручьями. Меньшие эквивалентные напряжения наблюдаются в левом по рисунку ручье штампа и большие - в правом. Это приводит, в частности к тому, что правый ручей больше заполнен металлом.

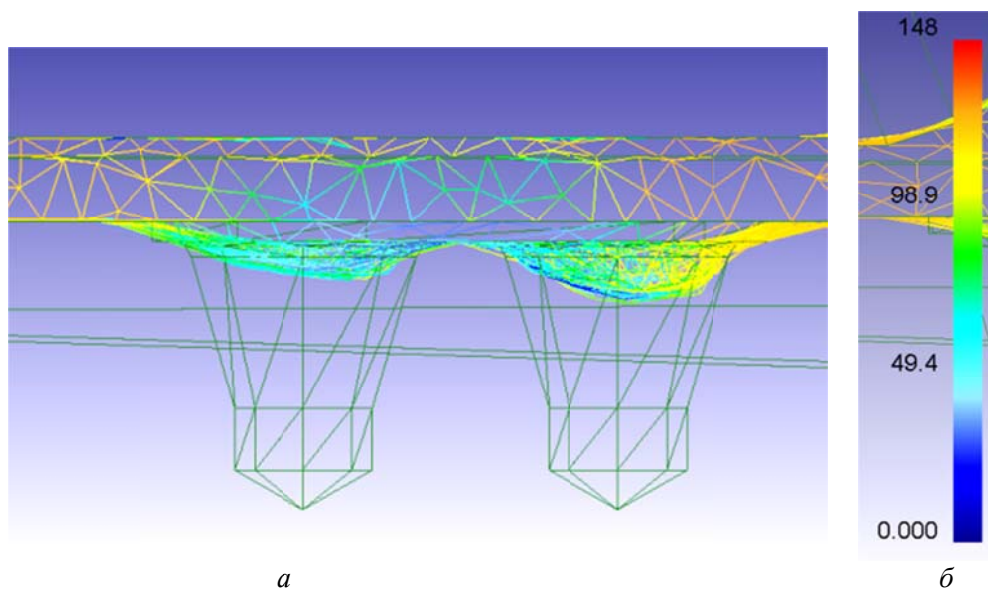


Рис. 1. Профили заполнения двух рядом расположенных ручьев штампа и значения (цветные уровни) эквивалентных напряжений (а) с цветовым ключом (б)

Выполнено сравнение полученного решения с практически достигаемым результатом. На рис. 2 показан профиль платиновой пластины после данной операции штамповки. Видно, что форма выступов на пластине различна, виден также несимметричный вид выступов. Таким образом, установлено качественное соответствие между результатами расчета и реальной картиной пластической деформации металла.

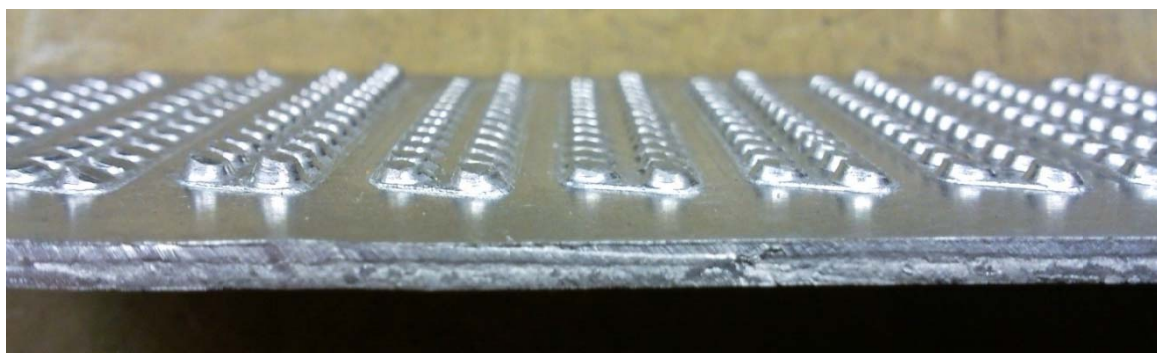


Рис. 2. Профиль реальной платиновой пластины

*Вывод.* В ходе решения задачи формирования днища платинового стеклоплавильного аппарата выявлены неоднородности заполнения ручьев штампа и описаны причины их возникновения. К этим причинам отнесены несимметричность граничных условий перемещения металла и влияние рядом расположенных рядов.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Логинов Ю. Н. Кинематические условия выдавливания пластического слоя в многорядном щелевом штампе / Ю. Н. Логинов, А. А. Фомин // Кузнечно-штамповочное производство. 2013. № 4. С. 14–17.
2. Логинов Ю. Н. Силовые условия осадки заготовки в щелевом штампе / Ю. Н. Логинов // Известия вузов. Черная металлургия. 1991. № 10. С. 25–28.
3. Исследование деформационных характеристик и структуры сплава ПЛН-4,5 при изготовлении полых заготовок методом глубокой вытяжки / Б. И. Каменецкий [и др.] // Цветные металлы. 2007. № 8. С. 51–53.
4. Логинов Ю. Н. Моделирование деформированного состояния круглой пластины при вытяжке. Известия высших учебных заведений / Ю. Н. Логинов, Б. И. Каменецкий, Г. И. Студенок // Черная металлургия. 2006. № 3. С. 26–28.
5. Логинов Ю. Н. Изучение трения при листовой прокатке платины и ее сплавов / Ю. Н. Логинов, Г. И. Студенок // Производство проката. 2010. № 7. С. 14–16.
6. Annealing Characteristics and strain resistance of 99.93 wt.% Platinum / Yu. N. Loginov [et al.] // Platinum metals Rev. 2007. V. 51 (4). P. 178–184.
7. Условия разупрочнения и сопротивление деформации платины / Ю. Н. Логинов [и др.] // Цветные металлы. 2006. № 6. С. 85–88.
8. Дегтярев И. С. Осадка пористой полосы в условиях предельного трения / И. С. Дегтярев, В. Л. Колмогоров, Ю. Н. Логинов // Известия вузов. Машиностроение. 1975. № 6. С. 126–130.

**Ф. В. Водолазский\***<sup>1</sup>, **А. И. Трапезников**<sup>1</sup>, **М. С. Калиенко**<sup>2</sup>,  
**А. Л. Урядова**<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Уральский федеральный университет имени первого Президента России  
Б. Н. Ельцина, г. Екатеринбург

<sup>2</sup> ПАО «Корпорация ВСМПО-АВИСМА», г. Верхняя Салда

\* *f.v.vodolazskiy@urfu.ru*

## ИССЛЕДОВАНИЕ СТРУКТУРЫ, ФАЗОВОГО СОСТАВА И СВОЙСТВ ЛИСТОВ СУПЕР- $\alpha_2$ СПЛАВА ПОСЛЕ ЗАКАЛОК С РАЗЛИЧНЫХ ТЕМПЕРАТУР

Изучено влияние закалок с различных температур с предварительной закалкой из  $\beta$ -области на структуру, фазовый состав и механические свойства листов сплава Ti–20Al–12Nb. Было установлено, что для этого сплава температурный диапазон 650...850 °С отвечает трехфазной  $\alpha_2$ +O+ $\beta$ -области. При температурах 650...750 °С содержание  $\alpha_2$ -фазы невелико. В диапазоне 900...1050 °С сплав приобретает двухфазное  $\beta$  +  $\alpha_2$  состояние. Наименьшие значения твердости HV зафиксированы на образцах, закаленных с температуры 850 °С. Для проведения дальнейшей холодной деформации можно рекомендовать термическую обработку в виде закалки с температурного диапазона около 850 °С для листов в структуре которых исходно содержится первичная  $\alpha_2$ -фаза.

*Ключевые слова:* супер- $\alpha_2$  сплав, интерметаллиды, Ti<sub>3</sub>Al, микроструктура, фазовый состав, термическая обработка.

***F. V. Vodolazsky, A. I. Trapeznikov, M. S. Kalienko, A. L. Uryadova***

## STRUCTURE, PHASE COMPOSITION AND PROPERTIES OF SUPER- $\alpha^2$ ALLOY SHEETS AFTER QUENCHING FROM DIFFERENT TEMPERATURES

The effect of quenching from different temperatures on structure, phase composition and mechanical properties of the alloy Ti–20Al–12Nb was studied. It was found that the alloy is in three-phase  $\alpha^2$ +O+ $\beta$ -field in the temperature range of 650...850 °C. Quantity of  $\alpha^2$ -phase is low at temperatures of 650...750 °C. The alloy is in a two-phase  $\beta$  +  $\alpha_2$  phase field at the temperature range 900...1050 °C. It was found that the lowest HV hardness values are observed after quenching from 850 °C. The quenching at 850 °C can be recommended for cold deformation of sheets, which initially contains the primary  $\alpha^2$  phase in the structure.

*Keywords:* super- $\alpha_2$  alloy, intermetallics, Ti<sub>3</sub>Al, microstructure, phase composition, heat treatment.

Интерметаллидные сплавы на основе  $(\text{Ti}_3\text{Al}) + \text{Nb}$  все больше начинают использоваться в качестве конструкционных жаропрочных материалов для деталей двигателей, работающих при повышенных температурах до 750 °С. Типичными представителями данного класса сплавов являются сплавы типа супер- $\alpha_2$  [1–3]. Большой интерес вызывает использование данных сплавов в качестве материала матрицы композитов, но для этого необходимо получать тонкий лист или фольгу [4]. Самым экономичным способом получения тонких листов и фольг является холодная прокатка, но для этого необходимо тщательно контролировать структуру и фазовый состав супер- $\alpha_2$  сплавов из-за их крайне низкой пластичности [4]. Свойства данного сплава сильно зависят от фазового состава. В данных сплавах имеются три фазы: твердые и обладающие невысокой пластичностью  $\alpha_2$ -фаза ( $\text{Ti}_3\text{Al}$ ) и О-фаза ( $\text{Ti}_2\text{AlNb}$ ), а также высокопластичная  $\beta$ -фаза [2]. В зависимости от химического состава фазовый состав сплавов системы  $\text{Ti}-\text{Al}-\text{Nb}$  может колебаться в широких пределах. В работе [5] рассматривалось влияние температуры закалок на структуру, фазовый состав и свойства образцов с предварительной закалкой в  $\beta$ -область, однако в промышленных условиях на промежуточных переделах закалка из  $\beta$ -области обычно не используется. Поэтому в данной работе задачей является анализ структуры и фазового состава листов сплава  $\text{Ti}-20\text{Al}-12\text{Nb}$  после закалок с температур 650...1050 °С с учетом исходного горячекатаного состояния.

Материалами исследования в данной работе служили листы толщиной 7 мм из интерметаллидного жаропрочного сплава  $\text{Ti}-19,6\text{Al}-12,4\text{Nb}-0,9\text{Zr}-1,5\text{V}-0,6\text{Mo}-0,5\text{Si}$  (% ат.). Листы были термообработаны в интервале температур 650...1050 °С с шагом в 50 °С и выдержкой 1 час с последующей закалкой в воду. Исследование микроструктуры проводилось на оптическом микроскопе «OLYMPUS GX51» и растровым электронным микроскопом ZEISS CrossBeam AURIGA. Рентгеноструктурный фазовый анализ был проведен на установке «Bruker D8 Advance» в медном  $K_\alpha$ -излучении с помощью позиционночувствительного детектора LynxEye.

В структуре исходного листа наблюдаются первичные выделения, которые имеют как глобулярную, так и пластинчатую форму, рис. 1, а. Пластинчатые выделения ориентированы вдоль направления прокатки, длина этих пластин может достигать 100 мкм. Матрица имеет повышенную травимость, что связано с наличием дисперсных частиц, менее 100 нм, О-фазы в  $\beta$ -фазе, рис. 1, б. Фазовый состав исходного листа по данным РСФА и МРСА представлен  $\beta$ -фазой, О-фазой и небольшим количеством  $\alpha_2$ -фазы. Линии О-фазы являются двойными. Можно утверждать, что распад  $\beta$ -фазы во время охлаждения происходил в различных температурах. Первые выделения О-фазы имеют низкое содержание ниобия и соответственно решетку с низкой ромбичностью.



При низкотемпературном распаде выделяется О-фаза с высокой ромбичностью решетки, обогащенная ниобием. Твердость по Викерсу составляет  $510 \pm 20$  ед. HV, а модуль упругости  $E = 102 \pm 5$  ГПа.

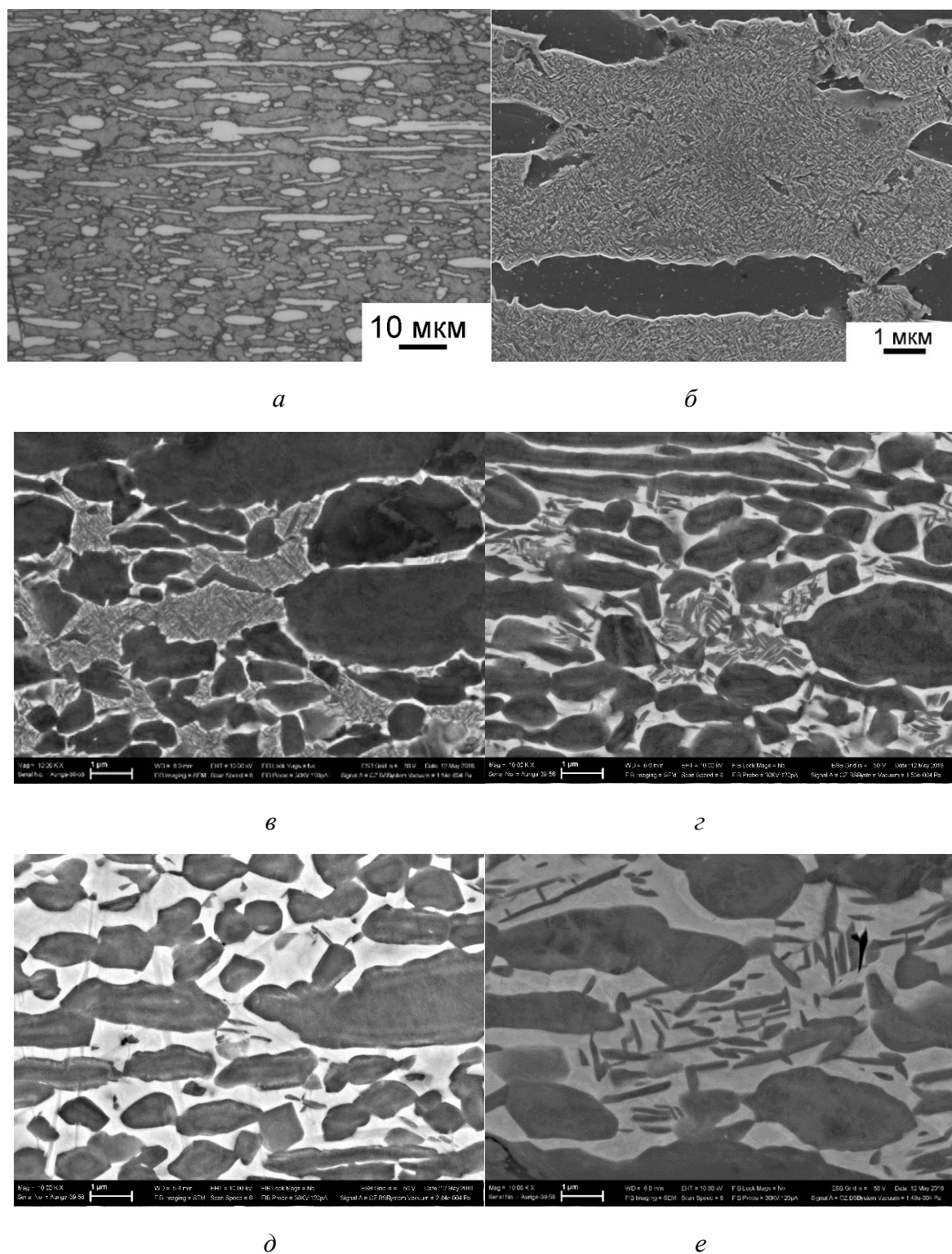


Рис. 1. Микроструктура листов сплава Ti-20Al-12Nb в исходном состоянии (*a*, *б*) и после закалки с различных температур: 700 °C (*в*); 800 °C (*г*); 850 °C (*д*); 900 °C (*е*)

Закалка листов диапазоне 650...800 °С не оказывает существенного влияния на структуру, в которой остаются первичные выделения  $\alpha_2$ - фазы рис 1, в–г. Между первичными выделениями наблюдаются дисперсные вторичные выделения О-фазы пластинчатой формы, размер которых увеличивается с температурой закалки. При этом их объемная доля снижается полное растворение дисперсных выделений зафиксировано при температуре 850 °С, рис. 1, д. При температурах 900...950 °С присутствовавшие выделения О-фазы частично трансформируются в  $\alpha_2$ -фазу пластинчатой формы, рис. 1, е. При закалке с более высоких температур 1000...1050 °С на фоне  $\beta$ -фазы фиксируются только первичные выделения  $\alpha_2$ -фазы глобулярной и вытянутой формы. Количество  $\alpha_2$ -фазы на фоне  $\beta$ -матрицы при закалке с  $T = 1000$  °С составляет 20...30 %, при закалке с  $T = 1050$  °С – 5 %. Данные по фазовому составу представлены в табл.

Таблица

Фазовый состав сплава Ti–20Al–12Nb после закалки  
с температур 650...1050 °С

Температура, °С	Фазовый состав
650	O + $\beta$ + ( $\alpha_2$ )
700	O + $\beta$ + ( $\alpha_2$ )
750	O + $\beta$ + ( $\alpha_2$ )
800	O + $\beta$ + $\alpha_2$
850	$\beta$ + $\alpha_2$ + (O)
900	$\beta$ + $\alpha_2$
950	$\beta$ + $\alpha_2$
1000	$\beta$ + $\alpha_2$
1050	$\beta$ + ( $\alpha_2$ )

Повышение периода  $\beta$ -фазы в системе Ti–Al–Nb свидетельствует об уменьшении ее объемной доли и наоборот. Это связано с тем, что ниобий, в отличии от других  $\beta$ -стабилизаторов, имеет атомный радиус 0,147 нм, что выше чем у титана. Поэтому снижение периода с ростом температуры закалки связано с ростом количества  $\beta$  фазы и соответственно обеднением ее по ниобию, рис. 2.

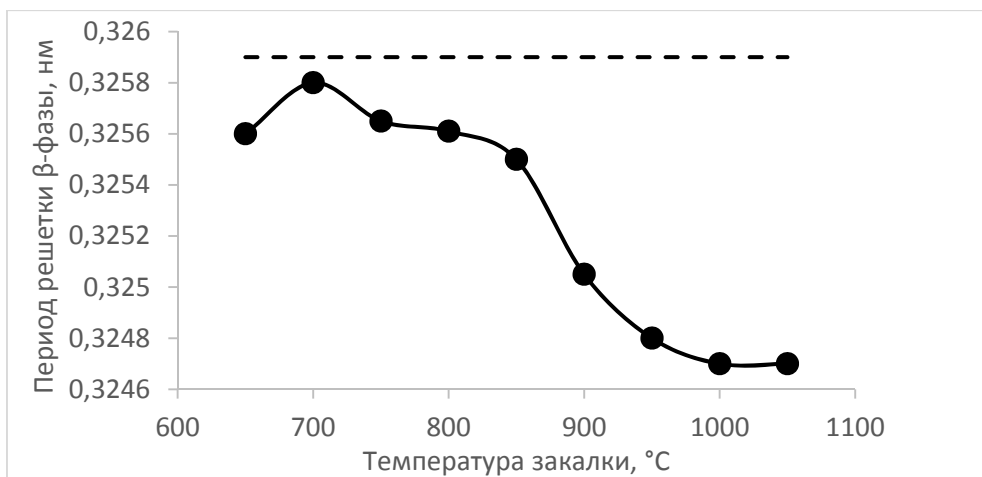


Рис. 2. Зависимость периодов решётки β-фазы листов сплава Ti–20Al–12Nb от температуры закалки (штрихом показан период решетки β-фазы в исходном листе)

Показания твердости служат косвенным показателем деформируемости в холодном состоянии. Как видно из рис. 3, в листах сплава Ti–20Al–12Nb значения твердости ниже чем в исходном состоянии. Снижение твердости с ростом температуры закалки до 850 °C связано с растворением вторичных выделений. Возрастание твердости при высоких температурах закалки обусловлено обогащением β твердого раствора по алюминию, с соответствующим понижением периода ее решетки (рис. 2), за счет частичного растворения α<sub>2</sub>-фазы. Минимум твердости находится в районе температуры закалки 850 °C. Эти данные хорошо соответствуют данным металлографического и рентгеновского анализов. В структуре присутствует большое количество β-фазы без дисперсных выделений. Относительно высокие значения периода свидетельствуют о низком содержании в ней алюминия. Наличие в структуре первичной α<sub>2</sub>-фазы в целом способствует снижению твердости закаленного сплава.

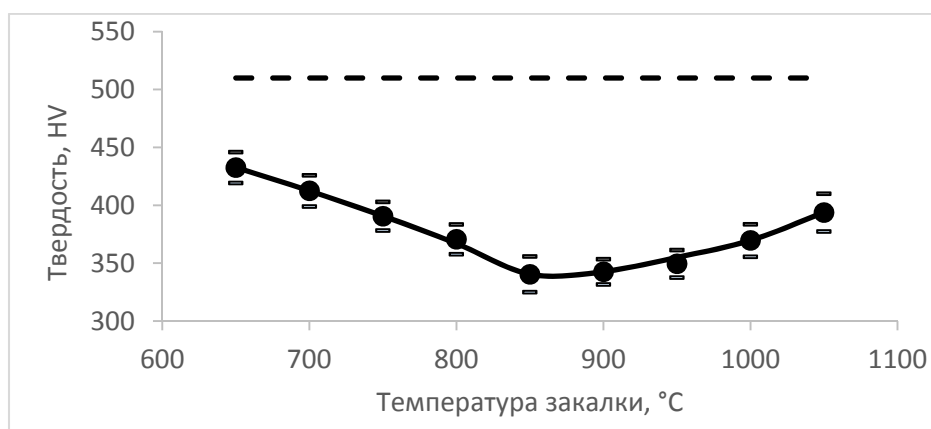


Рис. 3. График изменения твёрдости HV от температуры закалки листов сплава Ti–20Al–12Nb от температуры закалки (штрихом показан уровень твердости исходного листа)



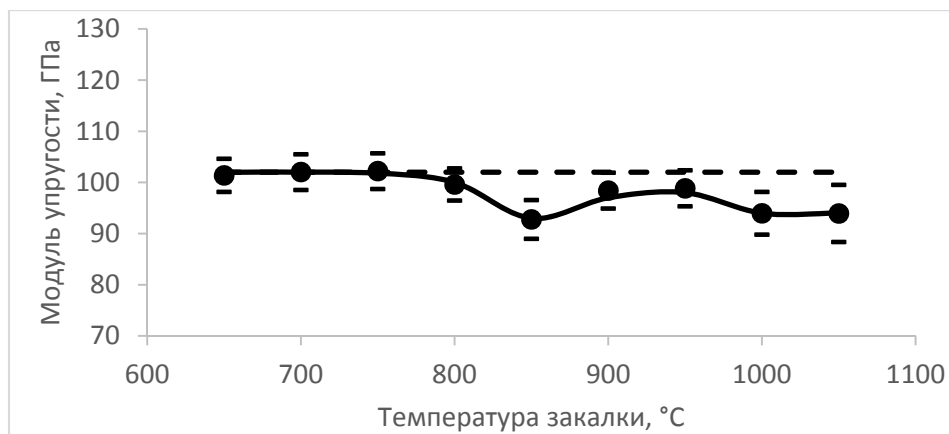


Рис. 4. График изменения модуля упругости от температуры закалки листов сплава Ti-20Al-12Nb от температуры закалки (штрихом показан уровень модуля упругости исходного листа)

Температура закалки не оказывает значительного влияния на модуль упругости, значения модуля упругости во всем рассмотренном диапазоне температур закалок равно 95...100 ГПа, рис. 4. Отчасти это связано с наличием выделений  $\alpha^2$ -фазы во всем рассматриваемом диапазоне закалок.

Таким образом, по полученным данным можно сделать следующие выводы.

Изучено формирование структуры, фазового состава и свойств листов сплава Ti-20Al-12Nb после закалки в воду с температур 650...1050 °C. Получено, что сплав при температуре 875 °C переходит из трехфазной, состоящей из  $\alpha^2$ , О- и  $\beta$ - фаз, в двухфазную ( $\alpha_2 + \beta$ ) область. Установлено, что при температуре закалки 850 °C происходит растворение большинства дисперсных выделений О-фазы наблюдаются наиболее низкие значения твердости HV = 350 ± 20 ед. Для проведения дальнейшей холодной деформации можно рекомендовать термическую обработку в виде закалки с температурного диапазона около 850 °C для листов из сплава Ti-20Al-12Nb в структуре которых исходно содержится первичная  $\alpha_2$ -фаза.

*Работа выполнена при поддержке гранта Президента Российской Федерации МК-7923.2016.8*

## ЛИТЕРАТУРА

1. Ward C. H. Microstructure evolution and its effect on tensile and fracture behaviour of Ti-Al-Nb  $\alpha_2$  intermetallics / C. H. Ward // International Materials Reviews. 1993. V. 38, № 2. P. 79–101.
2. Demakov S. L. Phase transformations in an  $\alpha(2)$  titanium superalloy: I. Effects the quenching temperature and time at quenching temperature on the phase composition and structure of the alloy / S. L. Demakov,

- L. S. Stepanov, A. A. Popov // *Fizika metallov i metallovedenie*. 1998. V. 86, I. 5. P. 115–122.
3. Попов А. А. Принципы легирования двухфазных жаропрочных сплавов на основе титана / А. А. Попов, Н. А. Дроздова // *Физика металлов и металловедение*. 1997. Т. 84, № 4. С. 123–132.
  4. Ward C. H. Microstructural instability in the alloy Ti–25Al–10Nb–3V–1Mo / C. H. Ward, J. C. Williams // *Scr. met. et mater.* 1990. № 4. P. 617–622.
  5. Исследование структуры, фазового состава и свойств сплава Ti–20Al–12Nb после закалок с различных температур / Ф. В. Водолазский [и др.] // XVII-ая Международная научно-техническая Уральская школа-семинар металловедов – молодых ученых: сборник трудов. Екатеринбург: УрФУ, 2016. Ч. 2. С. 194–199.

**Н. А. Попов\*, В. П. Кузнецов, В. П. Лесников, Е. Н. Попова,  
А. С. Васильев**

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

\* *n.a.popov@urfu.ru*

## ФОРМИРОВАНИЕ ОБЪЕМНЫХ НАНОФАЗ В МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ЖАРОПРОЧНЫХ НИКЕЛЕВЫХ СПЛАВАХ

Рассмотрены особенности структуры и фазовых превращений в монокристаллических никелевых сплавах ЖС36–ВИ ВЖМ5–ВИ после длительных высокотемпературных выдержек.

*Ключевые слова:* монокристаллический жаропрочный никелевый сплав, структура, фазовый состав.

***N. A. Popov, V. P. Kuznetsov, V. P. Lesnikov, E. N. Popova, A. S. Vasilev***

## THE FORMATION OF NANOPHASES IN BULK SINGLE-CRYSTAL HEAT-RESISTANT NICKEL ALLOYS

Changes thin ( $\gamma + \gamma'$ ) structures of single-crystal nickel alloys ZhS36–VI, VZhM5–VI after excerpts in the range of temperatures 1050...1200 °C are investigated.

*Keywords:* single-crystal nickel-base alloys, structure, phase composition.

Для современных теплонапряженных газотурбинных двигателей (ГТД) рабочие лопатки турбины высокого давления (ТВД) изготавливают из жаропрочных никелевых сплавов (ЖНС) со специальным легированием методом монокристаллического литья с точностью выдерживания основной (профильной) ориентации 5°.

В этой связи перспективным является применение безуглеродистых монокристаллических сплавов, легированных Ta и Re для лопаток ТВД современных ГТД с температурой газа на входе в турбину 1580 °C.

Исследования проводили на монокристаллических образцах из сплавов ЖС36–ВИ и ВЖМ5–ВИ, отлитых в промышленных условиях на установках типа УВНК–8П со скоростью кристаллизации 8–10 мм/мин с кристаллографической ориентацией [001]. Химический состав сплавов и режимы их термической обработки приведены в.

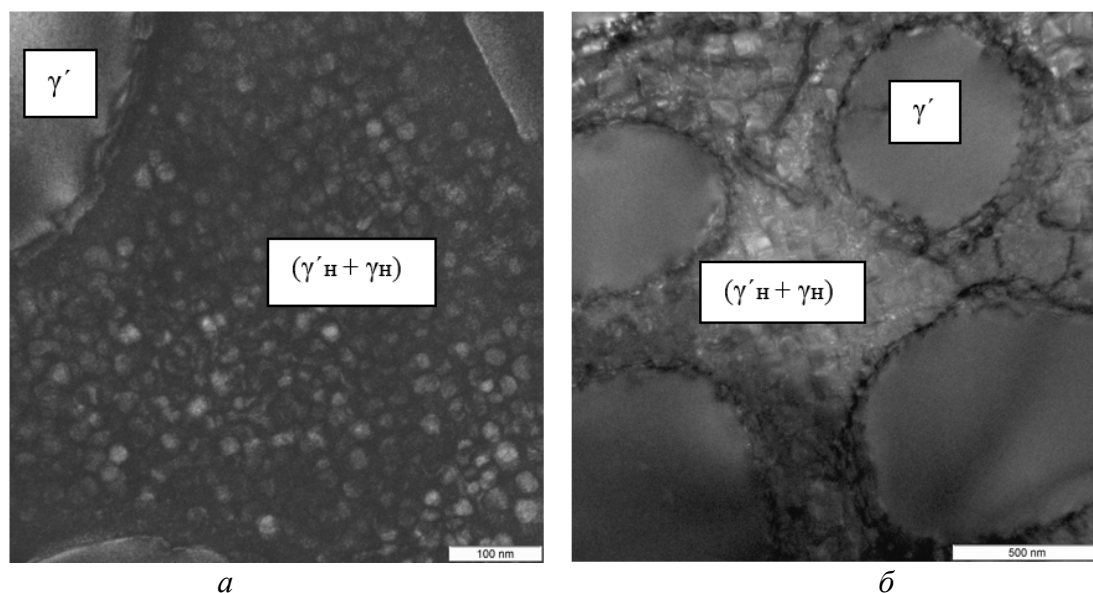
Отлитые заготовки Ø14мм после термической обработки были подвергнуты высокотемпературным выдержкам в течение 0,5...1000 часов в интервале 1050...1200 °C в печной воздушной атмосфере.

Электронно-микроскопические исследования тонкой структуры сплава осуществляли методом просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ) тонких фольг на приборах «Jeol JEM-2100».

После полной термической обработки (ПТО) для сплавов ЖС36–ВИ и ВЖМ5–ВИ типична однородная, дисперсная ( $\gamma + \gamma'$ )-структура с высокой объемной долей упрочняющей  $\gamma'$ -фазы (70–75 об.%) размером 0,3–0,4 мкм. Частицы  $\gamma'$ -фазы имеют характерную кубоидную форму. Электронографический и микродифракционный анализы показывают, что частицы  $\gamma'$ -фазы выстроены в направлениях типа  $[100]_\gamma$  монокристалла.

При высокотемпературных выдержках происходит значительный рост размера первичной  $\gamma'$ -фазы, изменение фазового состава, морфологии и размеров  $\gamma'$  - и  $\gamma$ -фаз в сплавах. При охлаждении образцов от температуры выдержки на воздухе происходит распад  $\gamma$ - фазы по схеме  $\gamma \rightarrow \gamma_n + \gamma'_n$  и образуется ультрамелкодисперсная смесь ( $\gamma_n + \gamma'_n$ ) наноразмерного уровня. Мелкие частицы  $\gamma'_n$  -фазы имеют размеры 20...60 нм, а прослойки  $\gamma_n$  -фазы между частицами  $\gamma'_n$  имеют толщину порядка 10...20 нм. Формирование  $\gamma'_n$ -фазы так же происходит на границах крупной  $\gamma'$ -фазы со смесью ( $\gamma_n + \gamma'_n$ ).

В темнопольном изображении в сверхструктурном рефлексе  $(001)_{\gamma'}$  «светятся» крупные частицы первичной  $\gamma'$ -фазы и вторичные ультрамелкодисперсные частицы  $\gamma'_n$ -фазы (рис.).



Темнопольное изображение в сверхструктурном рефлексе  $(001)_{\gamma'}$  тонкой структуры сплава ЖС36–ВИ  $[001]$  после высокотемпературных выдержек:

$a - T = 1050^\circ\text{C}, 500 \text{ ч}; b - T = 1150^\circ\text{C}, 500 \text{ ч}$

Установлены закономерности формирования  $(\gamma + \gamma')$ -структуры и фазового состава при высокотемпературных выдержках в сплавах, ЖС36–ВИ и ВЖМ5–ВИ. Показано, что при выдержках в интервале температур

1050...1200 °С происходит рост размера первичной  $\gamma'$ -фазы, ее обогащение Al, Ti, Ni, Ta и значительное уменьшение содержания Cr, W и Re в ней. Возрастает толщина прослоек  $\gamma$ -фазы и существенное обогащение ее тугоплавкими элементами W, Re, Cr, Mo. При охлаждении образцов после высокотемпературных выдержек происходит распад  $\gamma$ -фазы и образуется ультрамелкодисперсная смесь ( $\gamma_n + \gamma'_n$ ) наноразмерного уровня: частицы  $\gamma'_n$ -фазы имеют размеры 20...60 нм, а прослойки  $\gamma_n$ -фазы между частицами  $\gamma'_n$  имеют толщину порядка 10...20 нм. На границе первичная  $\gamma'$ -фаза / ( $\gamma_n + \gamma'_n$ ) частицы  $\gamma'_n$ -фазы имеют вытянутую форму вдоль границы раздела и их размер составляет  $> 100$  нм в длину.

***Н. Н. Никульченков\*, А. С. Юровских, М. А. Рыжков, А. Ю. Жилияков***

Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б. Н. Ельцина,  
г. Екатеринбург

*\*nikolai.nikulchenkov@urfu.ru*

Научный руководитель – проф., д-р техн. наук *М. Л. Лобанов*

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ КРИТИЧЕСКИХ ТОЧЕК АМОРФНОГО СПЛАВА СИСТЕМЫ Fe–Si–Nb–Cu–Mo–B

Методами калориметрии, дилатометрии и терморентгеновского фазового анализа определили температурные интервалы фазовых и структурных превращений в исходно аморфном сплаве системы Fe–Si–Nb–Cu–Mo–B, полученном спиннингованием. Для скоростей нагрева 0,3...0,5 °/сек установлен температурный интервал существования данного сплава в нанокристаллическом состоянии.

*Ключевые слова:* аморфный сплав, кристаллизация, рекристаллизация, калориметрия, дилатометрия, терморентгеновский фазовый анализ.

***N. N. Nikulchenkov, A. S. Yurovskih, M. A. Ryzhkov, A. Y. Zhilyakov***

## DETERMINATION OF THE CRITICAL POINTS OF THE AMORPHOUS ALLOY SYSTEM Fe–Si–Nb–Cu–Mo–B

The samples of amorphous ribbon of Fe–Si–Nb–Cu–Mo–B alloy system were studied using methods of calorimetry, dilatometry and thermo-X-ray phase analysis. The alloy was heat treated. Data about thermal effects, changes in geometric dimensions, changes in the phase composition, and about critical points are obtained. Interval of nanocrystalline state existence for heating rate 0.3...0.5 °/sec was determined.

*Keywords:* amorphous alloy, crystallization, recrystallization, calorimetry, dilatometry, thermo-X-ray phase analysis.

Несмотря на то, что в настоящее время магнитомягкие аморфные сплавы в виде сверхтонких лент (примерно 20 мкм) производятся в промышленных масштабах (примерно 200 000 т/год) [1], они остаются объектом пристального внимания исследователей [2]. За счет структуры и толщины подобные материалы обладают превосходными электромагнитными свойствами, такими как высокая магнитная проницаемость и низкая коэрцитивная сила. Магнитопроводы, выполненные из аморфных материалов, с успехом используются, как в обычных трансформаторах (50 Гц), так и в высокочастотных

(400...10000 Гц), где в следствие малой толщины материала в сердечнике существенно снижается вихретоковая составляющая удельных потерь при перематнивании [3].

Состав данных сплавов подбирается так, чтобы из него можно было получить сверхтонкую аморфную ленту методом спиннингования (быстрой заковки): разливки жидкого сплава на вращающийся медный барабан.

Несмотря на уже имеющиеся свойства, одна из возможностей улучшения аморфного сплава – реализация в нем нанокристаллического состояния [4]. Сплав *Finemet* системы Fe–Si–Nb–Cu–Mo–В имеет состав для получения аморфной ленты, которая является прекурсором для получения нанокристаллического состояния посредством отжига [5].

Целью работы являлось определение температурных интервалов фазовых (кристаллизация) и структурных (рекристаллизация) переходов в исходно аморфном сплаве системы Fe–Si–Nb–Cu–Mo–В для оптимизации температурно-временных режимов его термической обработки.

В работе использовались методы калориметрии, дилатометрии и терморентгеновского фазового анализа. Дифференциальный термический анализ проводился на приборе “*Netsch STA 449 C Jupiter*” в динамической атмосфере аргона со скоростью нагрева 30 °/мин. Дилатометрические исследования проведены на закалочном дилатометре *Linseis L78 R. I. T. A.* со скоростью нагрева 20 °/мин. Терморентген фазовый анализ проводился на рентгеновском дифрактометре *Bruker ASX ADVANCE D8*.

Калориметрический анализ показал (рис. 1), что протекание фазового превращения в аморфной ленте по типу кристаллизации начинается с 523 °С и заканчивается 543 °С. При дальнейшем нагреве фиксируется еще один пик превращения при температуре 665 °С.

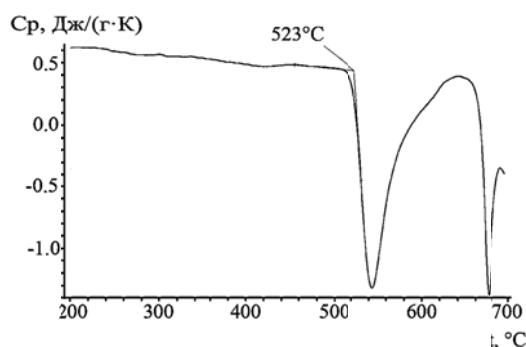


Рис. 1. Зависимость теплоемкости образца Ср от температуры t °С

Дилатометрический анализ, проведенный при более низкой скорости нагрева, показал начало фазового превращения с сильным изменением геометрических размеров при температуре около 500 °С (рис. 2). При дальнейшем нагреве или охлаждении значительных изменений размеров не наблюдалось.

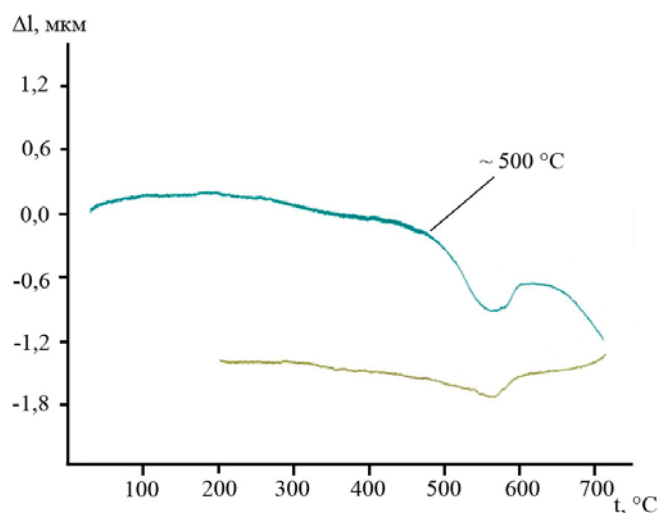


Рис. 2. Изменение геометрических размеров образца(мкм) от температуры °C

Терморентгеновский фазовый анализ показал (рис. 3), что до интервала температур 425...450 °C, дифракционная картина соответствует аморфному состоянию. В этом интервале происходит первое резкое изменение дифракционной картины. Далее пики постепенно становятся острее до интервала 625...650 °C, где следует еще одно резкое изменение. Углы  $2\theta$  самых интенсивных отражений соответствуют дифракционной картине ОЦК-железа. Последнее изменение дифракционной картины при нагреве образца указывает на происходящее в нем структурное превращение по типу рекристаллизации.

Полученная в работе информация по температурным интервалам фазовых и структурных превращений в ленте аморфного сплава Fe–Si–Nb–Cu–Mo–В обобщена в таблице.

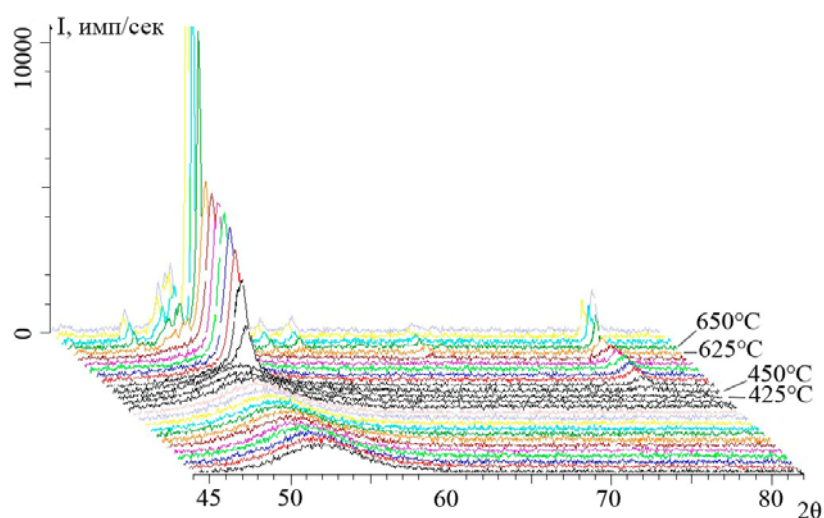


Рис. 3. Дифрактограмма образца, полученная с помощью терморентгеновского фазового анализа



**Критические точки сплава Fe–Si–Nb–Cu–Mo–B  
при разных скоростях нагрева**

Метод проведения эксперимента	Скорость нагрева ( $V_{\text{нагр}}$ ), град/с	Температура кристаллизации ( $t_{\text{крист}}$ ), °C	Температура рекристаллизации ( $t_{\text{рекр}}$ ), °C
Калориметрия	0,5 (30°/мин)	523	641
Дилатометрия	0,3 (20°/мин)	~ 500	–
Терморентген фазовый анализ	0,016 (1°/мин)	425-450	625-650

Таким образом, показано, что в температурном интервале 530...630 °C, при его нагреве, аморфный сплав находится в нанокристаллическом состоянии.

*Авторы приносят свои благодарности Юрию Николаевичу Стародубцеву за предоставленные образцы.*

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Стародубцев Ю. Н. Аморфные металлические материалы / Ю. Н. Стародубцев, В. Я. Белозеров // Силовая электроника. 2009. № 2, С. 86–89.
2. Стародубцев Ю. Н. Магнитные свойства аморфных и нанокристаллических сплавов: учебное пособие / Ю. Н. Стародубцев, В. Я. Белозеров. Екатеринбург : Изд-во Урал. ун-та, 2002, 366 с.
3. Herzer G. Grain structure and magnetism of nanocrystalline ferromagnets / G. Herzer // IEEE Trans. Magn. 1989. V. 25. P. 3327–3332.
4. Стародубцев Ю. Н. Нанокристаллические магнитомягкие материалы / Ю. Н. Стародубцев, В. Я. Белозеров // Компоненты и технологии. 2007. №4. С. 144–146.
5. Yoshizawa Y. New Fe-based soft magnetic alloys composed of ultrafine grain structure / Y. Yoshizawa, S. Oguma, K. Yamauchi // J. Appl. Phys. 1988. V. 64. P. 6044–6046.

## СОДЕРЖАНИЕ

<b>СЕКЦИЯ 1. ПОВЕРХНОСТЬ МАТЕРИАЛОВ: СВОЙСТВА И СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ ОБРАБОТКИ</b>	<b>2</b>
<b>Левин Е. А., Юршева Н. В.</b> Влияние предварительной термической обработки на структуру низкоуглеродистых и легированных сталей перед цементацией	2
<b>Исламов И. Б., Опарин И. С.</b> О нитридном покрытии художественных изделий из медно-никелевого сплава	7
<b>Солодова Т. В.</b> Влияние микродугового оксидирования на коррозионную стойкость титана и сплавов на его основе, применяемых в медицине	12
<b>Скрябин М. Д., Хлыбов А. А.</b> Исследование свойств цементованного слоя хромоникелевых сталей	17
<b>Морунов И. В., Крылова С. Е., Оплеснин С. П.</b> Оценка дефектов реализации процесса лазерной наплавки в промышленных условиях	21
<b>Морунов И. В., Крылова С. Е., Оплеснин С. П.</b> Принцип лазерной наплавки порошковыми материалами в среде защитных газов коррозионно-стойких сталей	27
<b>Чучкова Л. В., Ленивцева О. Г., Белов А. С., Вялова А. Д.</b> Структура и свойства сплавов системы Ti–TiB–TiC, сформированных при обработке высококонцентрированным электронным лучом в воздушной атмосфере	32
<b>Кувшинов М. О., Хлыбов А. А.</b> Сравнительный анализ методов поверхностного пластического деформирования (ППД)	37
<b>Емельянова Т. В., Грызунов В. И.</b> Термоциклическое борирование как метод упрочнения поверхности штампового инструмента	43
<b>Фоминых Р. В., Шимов Г. В., Ефремова А. С., Лямина Э. А.</b> Экспериментальное исследование причин брака медных шин при прессовании на линии непрерывной экструзии «CONFORM-400»	47
<b>Березовская В. В., Озерец Н. Н., Асанова Д. С., Романов И. Ю.</b> Модифицирование структуры коррозионно-стойких сталей путем ионного азотирования	54

<b>СЕКЦИЯ 2. ФАЗОВЫЕ ПРЕВРАЩЕНИЯ В МЕТАЛЛАХ И СПЛАВАХ ПРИ ДЕФОРМАЦИОННОМ И ТЕРМИЧЕСКОМ ВОЗДЕЙСТВИИ</b>	59
<b>Оленева Ю. Н., Оленева О. А., Демаков С. Л.</b> Изучение измерения периодов решетки титанового мартенсита при нагреве	59
<b>Слукина А. О., Луговая К. И., Жиякова М. А., Петров Р. И., Нарыгина И. В.</b> Изучение влияния режимов термической обработки на механизмы образования фазы $Ti_3Al$	64
<b>Куклина А. А., Юдин Ю. В., Юровских А. С., Майсурадзе М. В.</b> Рентгеноструктурный анализ остаточного аустенита сталей 25Г2С2Н2МА и 50ХМФА с бейнитной структурой	67
<b>Куклина А. А., Юдин Ю. В., Ишенкина А. Ю., Майсурадзе М. В.</b> Кинетика образования бейнита в стали 25Г2С2Н2МА в изотермических условиях	72
<b>Бегунова А. С., Камалов Р. В., Яковлев Г. А.</b> Влияние поверхностных структур метеорита Сеймчан на синтез углеродных нанотрубок	77
<b>Курганов А. В., Юршева Н. В.</b> Оценка влияния предварительной термической обработки на структуру порошковой быстрорежущей стали типа ASP 2030	81
<b>Желнина А. В., Илларионов А. Г., Калиенко М. С.</b> Влияние примесей в сплаве $Ti-5Al-5V-5Mo-3Cr-1Zr$ на температуру полиморфного превращения и свойства в термоупрочненном состоянии	86
<b>Майсурадзе М. В., Рыжков М. А.</b> Анализ дефектов современных машиностроительных сталей	91
<b>Майсурадзе М. В., Рыжков М. А., Куклина А. А., Кареева А. А.</b> Микроструктура и механические свойства высокопрочной стали ВЛ1 после термической обработки	96
<b>Майсурадзе М. В., Юдин Ю. В., Куклина А. А., Ли А. В.</b> Исследование бейнитного превращения в высокопрочной легированной стали при изотермической выдержке	100
<b>Майсурадзе М. В., Рыжков М. А.</b> Проявление структурной полосчатости в стали 40ХН2МА при изотермической выдержке в бейнитной области	105
<b>Химичева Е. Е., Житлухина М. Е.</b> Влияние микролегирования РЗМ на загрязненность коррозионно-активными неметаллическими включениями стали 13ХФА	110

<b>Хмелинин М. Ю., Чукин А. В.</b> Фазовые изменения поверхностных слоев аустенитных сталей, азотированных в плазме электронного пучка	114
<b>Никитенко О. А., Полецков П. П., Концева Н. В., Ефимова Ю. Ю., Чукин Д. М., Гущина М. С.</b> Исследование влияния скорости охлаждения на формирование микроструктуры и свойств высокопрочных комплексно-легированных сталей	119
<b>Муфтахетдинова Р. Ф., Бадеха К. А., Брусницына Е. В., Яковлев Г. А.</b> Применение EBSD-анализа в металлографическом исследовании метеоритов	124
<b>Коломоец Д. Р., Петров С. Н., Зисман А. А.</b> Экспресс-метод восстановления бывших аустенитных зерен в бейнитных и мартенситных структурах по ориентационным данным EBSD	129
<b>Чуракова А. А., Гундеров Д. В.</b> Трансформация микроструктуры и физико-механические свойства ультрамелкозернистых и нанокристаллических сплавов TiNi при многократных мартенситных превращениях B2-B19'	133
<b>Голубева М. В., Мотовилина Г. Д., Святышева Е. В., Сыч О. В.</b> Особенности формирования структуры в сталях марки 09ХГН2МД после термоулучшения	138
<b>Луговая К. И., Жиликова М. А., Петров Р. И., Слукина А. О., Жиликов А. Ю.</b> Исследование процессов упорядочения в сплаве Ti-17Al	143
<b>Кириллова И. Н., Шамсутдинов Р. М., Демаков С. Л.</b> Фазовый состав сплава CO-10Al-9W	146
<b>Ромашков Е. В., Крылова С. Е., Ромашкова О. А.</b> Влияние режимов термической обработки на структурно-механические характеристики сталей для изготовления пресс-форм литья под давлением	151
<b>Лавринова К. О., Костина А. Е., Волков А. Ю.</b> Формирование упорядоченной по типу L1 <sub>2</sub> сверхструктуры в сплаве Cu-8ат.%Pd	156
<b>Асанова Д. С., Гусакова Н. С. (Шляпкина), Васильев А. С., Попов Н. А.</b> Исследование свойств порошка бронзы с применением метода дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК)	161
<b>Лебедева Н. В., Маркова Ю. М., Смирнова Д. Л.</b> Исследование влияния температуры предварительного нагрева на параметры фазовых превращений при непрерывном охлаждении в штамповой стали	166

<b>Орлов А. А., Пожого О. З., Касимова Е. А.</b> Влияние дополнительного легирования водородом на формирование структуры и фазового состава сплава на основе $Ti_2AlNb$	171
<b>Коренев А. А., Ушакова В. В., Гриб С. В.</b> Влияние высокотемпературного нагрева на структуру и свойства модифицированного сплава VST3553	176
<b>Рашковец М. В., Ляпунова А. А.</b> Получение жаропрочных никелевых сплавов методом гетерофазной лазерной порошковой металлургии	181
<b>Ушакова В. В., Коренев А. А., Илларионов А. Г., Гриб С. В.</b> Фазовые превращения при непрерывном нагреве модифицированного сплава VST3553	185
<b>Самсонова Л. С., Приймак Е. Ю., Крылова С. Е.</b> Разработка режимов предварительной термической обработки валков холодной прокатки из стали 75X2СГФ	189
<b>Расковалова Ю. А., Березовская В. В., Михайлов С. Б.</b> Влияние холодной пластической деформации на фазовые превращения в высокоазотистой аустенитной стали 07X16АГ13М3	194
<b>Мамчиц К. А., Расковалова Ю. А.</b> Формирование структуры высокоазотистой стали 07X16АГ13М3 в процессе термической обработки	199
<b>Гостевская А. Н., Кормышев В. Е., Капралов Е. В., Громов В. Е., Иванов Ю. Ф.</b> Структурно-фазовые состояния и свойства наплавки на низкоуглеродистую сталь	204
<b>Барсукова Т. Ю., Панов Д. О.</b> Особенности формирования структуры и механические свойства стали 10Х3Г3МФС после закалки из межкритического интервала температур	208
<b>Рябинкина П. А., Скороход К. А., Градусов И. Н.</b> Особенности структуры, формируемой при изотермической выдержке углеродистой стали, легированной титаном в малых концентрациях	211
<b>Градусов И. Н., Рябинкина П. А., Йорх А. Е.</b> Особенности структуры мультифазной стали, полученной искровым плазменным спеканием	216
<b>Ефимова О. В., Юрченко А. Н., Мариева М. А.</b> Выявление микроструктуры сталей системы легирования Х2Г2С2МФ методом цветного травления	220
<b>Додонова Е. В.</b> Кинетика индуцированных водородом диффузионных фазовых превращений в сплаве $Y_2Fe_{17}$	225

<b>Лебедева А. А., Додонова Е. В., Рыбалка С. Б.</b> Анализ кинетики прямых фазовых превращений индуцированных водородом в сплавах $Y_2Fe_{17}$ в рамках модели Колмогорова	230
<b>Игнатюк В. Д., Шамсутдинов Р. Ф., Свиденко Е. В.</b> Изучение влияния непрерывного лазерного воздействия на фазовые и структурные превращения твердого сплава T15K6	235
<b>Игнатюк В. Д., Шамсутдинов Р. Ф., Свиденко Е. В.</b> Изучение влияния непрерывного лазерного воздействия на износостойкость твердого сплава T15K6	238
<b>Крапивина П. А., Гервасьев М. А.</b> Влияние термической обработки валков станов холодной прокатки на их микроструктуру и свойства	242
<b>Степанов Н. Д., Шайсултанов Д. Г.</b> Влияние алюминия на структуру и механические свойства высокоэнтропийных сплавов системы Al–Cr–Fe–Mn–Ni с повышенным содержанием Fe и Cr	247
<b>Соловьев И. В., Корниенко О. Ю., Жиликов А. Ю., Белорусец А. М.</b> Исследование кинетики распада переохлажденного аустенита стали 15X2HMFА при непрерывном охлаждении	250
<b>Ушакова А. С., Худякова Н. А., Баранникова Н. А., Водолазский Ф. В., Илларионов А. Г.</b> Структура, фазовый состав и свойства $\alpha$ -сплава титана после закалки	253
<b>Худякова Н. А., Ушакова А. С., Баранникова Н. А., Водолазский Ф. В., Илларионов А. Г.</b> Определение температуры полиморфного $(\alpha+\beta)\rightarrow\beta$ -превращения в $\alpha$ -сплаве титана расчетными методами	258
<b>Шабанов М. А., Водолазский Ф. В.</b> Изучение влияния режимов термической обработки на структуру, фазовый состав и твердость сплава Ti–21Al–23Nb–1V	262
<b>Соловьев И. В., Корниенко О. Ю., Жиликов А. Ю., Селиванова М. С.</b> Исследование кинетики распада переохлажденного аустенита стали 26ХНЗМ2ФА при непрерывном охлаждении	267
<b>СЕКЦИЯ 3. ФУНКЦИОНАЛЬНЫЕ МЕТАЛЛИЧЕСКИЕ, КЕРАМИЧЕСКИЕ И КОМПОЗИЦИОННЫЕ МАТЕРИАЛЫ</b>	270
<b>Храмова М. И.</b> Исследование изменения структуры и свойств композиционных материалов из сплавов Д16, АМЦ, 1420 при холодной листовой прокатке	270

<b>Самойленко В. В.</b> Прошивная технология изготовления 3-мерных каркасов УУКМ	273
<b>Луконина Н. В., Носова Е. А., Гречников Ф. В.</b> Исследование влияния областей когерентного рассеяния рентгеновских лучей на штампуемость листов из сплавов системы Al–Mg	275
<b>Авдеева Ю. А., Лужкова И. В., Скочилова С. В., Ермаков А. Н., Аскарова Л. Х., Зайнулин Ю. Г.</b> Плазмохимический синтез титан-молибденового карбида (К-фаза) в низкотемпературной азотной плазме	278
<b>Голубева А. А., Дмитриев В. Н., Коновалов С. В.</b> Структура и свойства металлических порошков, полученных из отходов электроэрозионной обработки	283
<b>Агафонова В. О., Иванова Е. В.</b> Исследование свойств композитов на основе алюминиевого сплава, полученных модифицированием нанопорошковыми псевдолигатурами Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> , ALN	288
<b>Авдеева Ю. А., Лужкова И. В., Городецкая Ю. С., Ермаков А. Н., Аскарова Л. Х., Зайнулин Ю. Г.</b> Формирование нанокристаллических композиций TiC–Co и TiN–Co в присутствии молибдена и его тугоплавких соединений в процессе плазменной переконденсации	292
<b>Шамсутдинов Р. М., Демаков С. Л., Кириллова И. Н., Водолазский Ф. В.</b> Фазовый состав интерметаллидного композита системы Ti–Nb–Al	297
<b>Илларионова А. А.</b> Алюминиевые сплавы и их термообработка при использовании в строительных конструкциях	302
<b>Илларионова А. А.</b> Титан и его применение в строительных и архитектурных сооружениях	306
<b>Авдеева Ю. А., Лужкова И. В., Глинских Н. И., Доможирова Т. Н., Ермаков А. Н., Аскарова Л. Х., Зайнулин Ю. Г.</b> Формирование метастабильных фаз Ti <sub>0,7</sub> Co <sub>0,3</sub> N и Mo <sub>0,8</sub> Co <sub>0,2</sub> N <sub>0,9</sub> в процессе плазменной переконденсации механической смеси TiN–Co	310
<b>Авдеева Ю. А., Лужкова И. В., Ермаков А. Н., Аскарова Л. Х., Зайнулин Ю. Г.</b> Получение оксикарбида молибдена в условиях плазменной переконденсации в низкотемпературной азотной плазме механической смеси молибдена и мочевины	315



<b>Юдина Е. Э., Величко А. В.</b> Структура и свойства сплава Ti–22Nb–6Ta после холодной пластической деформации и отжига	320
<b>Хайруллин Р. Р., Евдокимов И. А., Перфилов С. А., Поздняков А. А., Бланк В. Д.</b> Наноструктурные алюмоматричные композиционные материалы с высокими прочностными характеристиками	325
<b>Постников И. А.</b> Регулирование и оптимизация параметров восстановления формы промышленной проволоки сплавов Ti–Ni с памятью формы	330
<b>Чумачков И. И., Досымбетова А. А., Кормышев В. Е., Романов Д. А.</b> Структура и свойства износостойких наплавов, модифицированных электронно-пучковой обработкой	333
<b>Ситкина М. Н., Яковцева О. А., Котов А. Д.</b> Действие аккомодационных механизмов в процессе сверхпластической деформации сплава AA7475	338
<b>Виноградов Р. Е., Борисов А. А., Шалин А. В.</b> Новый композиционный материал из углепластиковой матрицы и армирующих элементов из никелида титана	343
<b>Сирота Д. И., Краюшкина Е. Ю., Климачев В. С.</b> Особенности распространения электромагнитной волны в плоскостой среде и ее трансформация в спиновую в окрестности частоты антиферромагнитного резонанса в ферромагнетике	347
<b>Куксгаузен И. В., Киреева И. В., Чумляков Ю. И., Куксгаузен Д. А., Победенная З. В.</b> Влияние старения на функциональные и механические свойства монокристаллов сплава CoNiGa	352
<b>Шаталин А. А., Фисенкова Д. В., Смирнова Е. А.</b> Активаторная система на основе полимерного композиционного материала для использования в малых космических аппаратах, нано- и пикоспутниках	357
<b>Романов Д. А., Степиков М. А., Гаевой Е. А., Пронин С. Ю., Иванов Ю. Ф., Толкачев О. С., Громов В. Е.</b> Структурно-фазовое состояние системы «покрытие Ag–CdO / медная подложка», сформированной электровзрывным методом	360
<b>Юровских А. С., Гриб С. В., Степанов С. И., Ковалев Е. Ю.</b> Структура технически чистого титана, полученного методом послойного лазерного плавления	365
<b>Кашимбетова А. А., Зыкова Е. Д.</b> Исследование структуры композиционного материала на основе TiAl, упрочненного частицами TiC	370



<b>Ханыкова Е. В., Степанов С. И., Логинов Ю. Н., Корелин А. В.</b> Остаточная пористость в титановых имплантатах, полученных аддитивными технологиями	375
<b>Городецкий Р. С., Захарова Г. С.</b> Гидротермальный синтез, морфология и свойства нанокompозита на основе оксида ванадия $V_2O_3@C$	379
<b>Иванова А. В., Бекмурзин Т. Д.</b> Структура и свойства самофлюсующихся покрытий, легированных карбидом вольфрама	381
<b>Филатов А. А., Молчанова Н. Г., Панкратов А. А., Суздальцев А. В., Зайков Ю. П.</b> Способ получения лигатуры AlZr15 из оксидов	384
<b>Фаттахова З. А., Захарова Г. С.</b> Функциональный композиционный материал на основе оксида молибдена	389
<b>Юрченко Н. Ю.</b> Исследование структуры и механических свойств высокоэнтропийного сплава $Al_{0,5}Mo_{0,5}NbTa_{0,5}Ti_{1,5}Zr$	391
<b>СЕКЦИЯ 4. СВОЙСТВА МЕТАЛЛОВ И СПЛАВОВ ПОСЛЕ ДЕФОРМАЦИОННОГО И ТЕРМИЧЕСКОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ</b>	396
<b>Хасанова Д. А., Чуракова А. А.</b> Исследование микроструктуры аморфного сплава Ti–Ni–Cu, подвергнутого ИПД методом ПЭМ и АСМ	396
<b>Ласточкина Е. В., Калинин Г. Ю., Грибанова В. Б.</b> Комплексное исследование металла опытного кузнечного слитка из аустенитной азотсодержащей стали Cr–Ni–Mn композиции легирования	401
<b>Долженко А. С., Янушкевич Ж. Ч., Беляков А. Н.</b> Влияние темпформинга на микроструктуру и механические свойства низкоуглеродистой стали типа S700MC	404
<b>Зуйко И. С.</b> Влияние промежуточной деформации на фазовый состав и свойства термоупрочняемого сплава системы Al–Cu–Mg–Mn	409
<b>Филяева Е. А., Космацкий Я. И., Яковлева К. Ю.</b> Влияние технологической схемы производства передельных горячепрессованных труб на металлографические особенности и механические свойства холоднодеформированных труб	414
<b>Халилов А. Э., Гибадуллина А. Ф., Беликов С. В.</b> Исследование выделения вторых фаз в сплавах С4 и ХН65МВУ	419
<b>Иликбаев И. В., Шведов Д. А., Жилияков А. Ю., Беликов С. В.</b> Аномалии физических свойств коррозионно-стойких сплавов системы Ni–Cr–Mo	423

<b>Аргинбаева Э. Г., Назаркин Р. М., Шестаков А. В., Карачевцев Ф. Н.</b> Структурно-фазовое состояние жаропрочных литейных интерметаллидных сплавов на основе никеля в зависимости от режимов термической обработки	426
<b>Барков Р. Ю., Ткачук Е., Поздняков А. В.</b> Микроструктура и механические свойства нового сплава Al–Mg–Mn–Zr–Sc–Er	431
<b>Бочкова Р. Р., Абрамова М. М., Караваева М. В.</b> Влияние температуры предварительного отпуска на механические свойства высокоуглеродистой подшипниковой стали после РКУП	435
<b>Калиенко М. С., Желнина А. В.</b> Механизмы разрушения в титановых сплавах при комнатной температуре после выдержки при повышенной температуре	440
<b>Филиппов М. А., Ягудин Г. А., Легчило В. В., Эстемирова С. Х.</b> Повышение износостойкости сталей перлитного класса высокотемпературной закалкой	445
<b>Слинкин И. В.</b> Измерение наномеханических свойств редкоземельных магнитов SmCo	450
<b>Якивчук О. В., Белоконова И. Н.</b> Исследование структуры и свойств листового проката из сплавов системы Al–Mg, экономно легированных скандием	455
<b>Якивчук О. В., Самчук А. П., Дурнопыанов А. В.</b> Исследование механических свойств длинномерных полуфабрикатов из сплавов на основе системы Al–Mg, экономно легированных скандием	460
<b>Трибунский А. В.</b> Влияние химических элементов (Mn, Mg) на механические свойства сплава 3005	465
<b>Ткачёв Е. С., Бразников И. С., Беляков А. Н.</b> Микроструктура и механические свойства 9%Cr стали мартенситного класса, легированной танталом	469
<b>Морозова А. И., Ольховикова Я. А.</b> Влияние температуры РКУП на механические свойства низколегированного Cu–Cr–Zr сплава	474
<b>Алиева Е. С.</b> Исследование механических свойств и коррозионной стойкости насосно-компрессорных труб из стали с феррито-перлитной структурой	479
<b>Первухина Д. Н.</b> Технологический вариант компактирования титановой губки под вакуумно-дуговой переплав	484

<b>Немолочнов Д. А.</b> Структура и механические свойства сплава на основе интерметаллида системы Ni–Al, полученного SPS-спеканием порошка типа ВКНА при различных скоростях нагрева	487
<b>Полухина О. Н., Хамбалеев А. Р., Барабашова А. А.</b> Исследование полос Чернова – Людерса в низкоуглеродистых трубных сталях	492
<b>Ибраимова А. З., Селиванова О. В., Хотинев В. А.</b> Влияние изотермической закалки на структуру и свойства стали 37ХГФ	494
<b>Татаренко О. Ю., Петухова О. С.</b> Исследование влияния баротермической обработки на механические свойства материала, полученного методом селективного лазерного сплавления из металлопорошковой композиции структурностабильного жаропрочного никелевого сплава ВЖ159	498
<b>Осинников Е. В., Фалахутдинов Р. М., Мурзинова С. А.</b> Разработка методики послойного анализа методом электролитического снятия слоев для определения параметров зернограницной диффузии кобальта в поликристаллическом никеле	502
<b>Магин Д. Ю., Хлыбов А. А.</b> Формирование необходимого комплекса механических свойств металла в производстве цепей высокой прочности	506
<b>Зыкова Е. Д., Кашимбетова А. А.</b> Исследование структуры и свойств покрытий, полученных методом вневакуумной электронно-лучевой наплавки порошковых смесей	510
<b>Иванов А. Е., Пожого В. А., Гвоздева О. Н.</b> Влияние бимодальной структуры на механические свойства сплава Ti–14Al–3Nb–3V–0,5Zr	515
<b>Герман М. А., Бачеев А. В., Жидович А. О.</b> Структура и свойства изделий из титанового сплава, полученные при помощи 3D-технологий	520
<b>Борисов А. А., Нейман А. П., Пожого В. А.</b> Влияние структуры и условий испытаний на термомеханическое поведение сплавов на основе никелида титана с эффектом памяти формы	525
<b>Илларионов А. Г., Баранникова Н. А., Водолазский Ф. В., Космацкий Я. И., Филяева Е. А.</b> Структура, фазовый состав и твердость горячедеформированной заготовки из сплава Ti–3Al–2,5V	530

<b>Грушин И. А., Сафарян А. И., Слезов С. С.</b> Влияние легирования водородом на структуру, фазовый состав и технологическую пластичность титанового сплава с содержанием алюминия, превышающим предельную растворимость	535
<b>Запалова А. В., Бурнаев А. В., Герман М. А.</b> Исследование механических свойств пористых материалов, полученных методом спекания из сплава ВТ1-0	540
<b>Барсуков И. П.</b> Исследование структуры и свойств твердого сплава КНТ16 при ионном азотировании	545
<b>Касимова Е. А., Лим Е. В., Коняхин А. Е., Шарапкин Д. С.</b> Особенности термообработки порошковых быстрорежущих сталей	550
<b>Снегирёв И. В.</b> Статистический анализ прочностных свойств плоского проката из сплава В95ОЧ	555
<b>Ерёмин А. В.</b> Эффекты при скоростном волочении медной проволоки	559
<b>Пузанов М. П., Степанов С. И.</b> Исследование анизотропии механических свойств трансформаторной стали в холоднокатаном состоянии	562
<b>Ежов Ю. А., Железняк Л. М., Слукин Е. Ю.</b> Моделированиековки слитка из быстрорежущей стали марки Р6М5	567
<b>Ежов Ю. А., Железняк Л. М.</b> Повышение твердости коллекторных полос из нетермоупрочняемых бронз	571
<b>Иванов Е. В., Загиров Н. Н., Логинов Ю. Н.</b> Проявления несплошности при рециклинге немерных отрезков медной проволоки	576
<b>Первухин А. Е.</b> Пластические деформации при скальпировании серебряной проволоки	581
<b>Калиненко А. А., Кусакин П. С.</b> Влияние скорости деформации на микроструктуру и механические свойства TWIP-сталей	585
<b>Шабает М. М.</b> Обзор способов упрочнения волок для проволочных станов	590
<b>Тёммес А., Иванов И. В., Кузьмин Р. И.</b> Влияние содержания ниобия на микроструктуру и механические свойства сплавов Ti–Nb для применения в медицине	594
<b>Шимов Г. В., Ковин Д. С., Фоминых Р. В., Богатов А. А.</b> Моделирование начальной стадии заполнения форкамеры при прессовании медной шины на линии непрерывной экструзии «CONFORM-400»	599

<b>Шимов Г. В., Завалин А. А., Богатов А. А.</b> Исследование влияния параметров технологического процесса на распределение остаточных напряжений в стенке труб при безоправочном волочении	604
<b>Мариева М. А., Юрченко А. Н., Ефимова О. В.</b> Механические свойства, микроструктура и фрактографический анализ сталей системы легирования Х2Г2С2МФ после различных режимов термической обработки	610
<b>Миллер В. С.</b> Влияние добавки циркония на структуру и свойства самофлюсующихся покрытий на основе никеля	614
<b>Головнин М. А.</b> Разделение динамической и статической составляющих нагрузки при листовой прокатке алюминиевых сплавов	619
<b>Тугбаев Ю. В.</b> Выбор условия текучести при анализе деформации циркониевых сплавов	623
<b>Фролов В. А., Якивчук О. В., Фролов В. Ф., Ворошилов Д. С.</b> Исследование структуры литых и деформированных полуфабрикатов из алюминиевых сплавов, экономно легированных скандием	627
<b>Шешукова Ю. А., Хакимова О. А.</b> Анизотропия свойств сложнолегированной латуни CuZn30Al2Mn3SiNiCr	632
<b>Сулова Ю. В.</b> Проблемы вырубных операций при обработке листов из алюминиевых сплавов	636
<b>Данилов С. В., Макарова Е. А., Зорина М. А.</b> Текстура рекристаллизации в ГЦК-металле с высокой энергией дефекта упаковки	640
<b>Ведерникова Л. О., Макарова Е. А., Данилов С. В., Пастухов В. И.</b> Текстурная наследственность в процессе производства бесшовных труб из нержавеющей мартенситной стали	645
<b>СЕКЦИЯ 5. СОВРЕМЕННЫЕ МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И КОМПЬЮТЕРНОГО МОДЕЛИРОВАНИЯ В МЕТАЛЛОВЕДЕНИИ</b>	650
<b>Гибадуллина А. Ф., Желяков А. Ю., Хотинев В. А., Половов И. Б.</b> Исследование структуры и механических свойств никелевых сплавов Hastelloy G-35 и N06035	650

<b>Яшина Е. А., Зисман А. А., Петров С. Н., Золоторевский Н. Ю.</b> Выявление кристаллографических особенностей бейнитно-мартенситных структур в зависимости от условий закалки методами EBSD-анализа	655
<b>Устинова Е. И., Михайленко А. М., Шварц Д. Л.</b> Выбор оптимальной калибровки прокатных валков с целью улучшения структуры готового швеллера	660
<b>Орлов А. Г., Котов В. В.</b> Моделирование разрушения разностенных труб из титанового сплава и стали под действием внутреннего давления	665
<b>Колотий Д. Д., Мамонтова Н. А., Сперанский К. А.</b> Разработка экспериментального метода для анализа количественных характеристик текстуры и анизотропии свойств ГПУ-сплавов методом обратных полюсных фигур	670
<b>Зозуля А. П., Ветчинов А. В.</b> Термодинамический анализ кристаллизации эвтектик в системах галлий–олово и висмут–олово	675
<b>Вяткина А. К., Ахмедова Т. Ш.</b> Выбор масштаба поля зрения при измерении геометрии структур твердых сплавов	680
<b>Захаров П. В., Ерёмин А. М., Старостенков М. Д.</b> Дискретные бризеры на свободной цилиндрической поверхности кристалла Pt <sub>3</sub> Al	685
<b>Ершов А. А., Логинов Ю. Н., Загиров Н. Н., Иванов Е. В.</b> Конечно-элементный анализ процесса прокатки-прессования	690
<b>Воробьев Д. А., Кудря А. В.</b> Использование приемов когнитивной графики при «раскопках данных» баз данных производственного контроля в металлургии	694
<b>Фомин А. А.</b> Моделирование многорядной листовой штамповки при отсутствии симметрии пластического течения металла	698
<b>Водолазский Ф. В., Трапезников А. И., Калиенко М. С., Урядова А. Л.</b> Исследование структуры, фазового состава и свойств листов супер- $\alpha_2$ сплава после закалок с различных температур	702
<b>Попов Н. А., Кузнецов В. П., Лесников В. П., Попова Е. Н., Васильев А. С.</b> Формирование объемных нанofаз в монокристаллических жаропрочных никелевых сплавах	709
<b>Никульченков Н. Н., Юровских А. С., Рыжков М. А., Жияков А. Ю.</b> Определение критических точек аморфного сплава системы Fe–Si–Nb–Cu–Mo–B	712







Кафедра термообработки и физики металлов (ТОиФМ, ИММт, УрФУ)  
приглашает в магистратуру:

**направление 22.03.01 — Материаловедение и технологии материалов:**

программа «Материаловедение, технологии получения и обработки металлических материалов со специальными свойствами»;

программа «Материаловедение, технологии получения и обработки цветных сплавов»;

программа «Металлофизика высокопрочных сплавов»;

**направление 22.03.02 — Металлургия:**

программа «Металловедение высокопрочных и функциональных материалов»;

программа «Технология термической обработки металлов»

и аспирантуру:

**направление 22.06.01 — Технологии материалов**

г. Екатеринбург, ул. Мира, 28, 2 этаж

тел. (343)375-46-95, 374-59-64

e-mail: tofm@urfu.ru

Лаборатория структурных методов анализа и свойств материалов и наноматериалов

г. Екатеринбург, ул. Мира, 28, ауд. Мт-247

тел./факс (343)375-46-95

e-mail: structure\_lab@mail.ru

Лаборатория «Электронная микроскопия сверхвысокого разрешения»

г. Екатеринбург, ул. Софьи Ковалевской, 7 ф, НОЦ-103

Тел. (343)375-48-03

e-mail: a.s.yurovskih@urfu.ru

КЦП «Материаловедение перспективных металлосодержащих материалов  
и технологий их обработки»

г. Екатеринбург, ул. Мира, 28, ауд. Мт-234

тел./факс (343)375-59-64

e-mail: a.a.popov@urfu.ru